

## Bibliographic Fields

## Document Identity

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開2001-348731(P2001-348731  
A)

(43)【公開日】

平成13年12月21日(2001. 12. 21)

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication 2001- 348731 (P2001-  
348731A)

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

Heisei 13\*December 21\* (2001.12.21)

## Public Availability

(43)【公開日】

平成13年12月21日(2001. 12. 21)

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

Heisei 13\*December 21\* (2001.12.21)

## Technical

(54)【発明の名称】

仮撚加工性の良好なポリエステル繊維

(54) [Title of Invention]

SATISFACTORY POLYESTER FIBER OF TWIST  
PROCESSABILITY

(51)【国際特許分類第7版】

D01F 6/62 306

301

6/92 301

D02G 1/02

D02J 1/22

【FI】

D01F 6/62 306 P

301 H

6/92 301 M

D02G 1/02 A

D02J 1/22 R

【請求項の数】

12

【出願形態】

OL

【全頁数】

19

(51) [International Patent Classification, 7th Edition]

D01F 6/62 306

301

6/92 301

D02G 1/02

D02J 1/22

[FI]

D01F 6/62 306 P

301 H

6/92 301 M

D02G 1/02 A

D02J 1/22 R

[Number of Claims]

12

[Form of Application]

OL

[Number of Pages in Document]

19

## 【テーマコード(参考)】

4L0354L036

## 【Fターム(参考)】

4L035 BB33 BB40 CC02 CC13 EE01 EE02  
EE20 FF08 HH05 JJ05 KK01 KK05 4L036  
MA05 MA26 PA07 PA14 PA26 RA04 UA21

## Filing

## 【審査請求】

未請求

## (21)【出願番号】

特願2000-169134 (P2000-169134)

## (22)【出願日】

平成12年6月6日 (2000. 6. 6)

## Parties

## Applicants

## (71)【出願人】

## 【識別番号】

000000033

## 【氏名又は名称】

旭化成株式会社

## 【住所又は居所】

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

## Inventors

## (72)【発明者】

## 【氏名】

藤本 克宏

## 【住所又は居所】

宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

## (72)【発明者】

## 【氏名】

加藤 仁一郎

## 【住所又は居所】

宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

## [Theme Code (For Reference)]

4L0354L036

## [F Term (For Reference)]

4L035 BB33 BB40 CC02 CC13 EE01 EE02 EE20 FF 08  
HH05 JJ05 KK01 KK05 4L036 MA05 MA26 PA07 PA14  
PA26 RA04 UA21

## [Request for Examination]

Unrequested

## (21) [Application Number]

Japan Patent Application 2000- 169134 (P2000- 169134)

## (22) [Application Date]

2000 June 6\* (2000.6.6)

## (71) [Applicant]

## [Identification Number]

000000033

## [Name]

ASAHI CHEMICAL CO. LTD. (DB 69-067-2662)

## [Address]

Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 1-Chome  
2-6

## (72) [Inventor]

## [Name]

Fujimoto Katsuhiko

## [Address]

Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-cho 6-Chome  
4100address Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB  
69-053-5364) \*

## (72) [Inventor]

## [Name]

Kato Jinichiro

## [Address]

Miyazaki Prefecture Nobeoka City Asahi-cho 6-Chome  
4100address Asahi Chemical Industry Co. Ltd. (DB  
69-053-5364) \*

69-053-5364) \*

## Agents

(74)【代理人】

【識別番号】

100103436

【弁理士】

【氏名又は名称】

武井 英夫（外3名）

## Abstract

(57)【要約】

【課題】

巻締まりおよびバルジの発生を抑制することにより工業的に製造が可能であり、かつ均一な繊維とすることにより、高速での延伸仮撚加工時の毛羽や糸切れの発生を抑制した、安定した高速での延伸仮撚加工が可能な PTT-POY を提供する。

【解決手段】

特定の条件にて繊維を熱処理して結晶化させ、紡糸条件を適正化し、極低張力にて巻き取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の配向性、結晶性、U%かつ、凝集体の少ない酸化チタン粒子を特定量含有している PTT-POY。

PTT-POY を製造する際に大きな問題となる巻締まりやバルジの発生を回避でき、かつ高速での延伸仮撚加工性を格段に向上できる。

## Claims

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(A)~(G)の要件を満足することを特徴とするポリエステル繊維。

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Identification Number]

100103436

[Patent Attorney]

[Name]

Takei \*\* (3 others )

(57) [Abstract]

[Problems to be Solved by the Invention]

Production being possible in industrially by controlling occurrence of tightening and bulge , PTT-POY where drawing false-twisting with high speed which controled fluff at time of drawing false-twisting with high speed and occurrence of yarn break by at same time making uniform fiber ,stabilizes is possible is offered.

[Means to Solve the Problems]

heat treatment doing fiber with specific condition , crystallization doing,PTT-POY. where optimizing it did spinning condition , it produced making use of special spinning method which is retracted with extremely low tension , certain amount contains orientation , crystallinity , U% inside specific range and titanium dioxide particle where agglomerate is little

When producing PTT-POY, be able to evade occurrence of tightening and bulge which become large problem , at same time drawing twist processability with high speed it can improve markedly.

[Claim(s)]

[Claim 1]

90 mole % or more consist of poly trimethylene terephthalate which configuration is done from trimethylene terephthalate repeat unit ,description below (A) - satisfy requisite of (G) polyester fiber . which is made feature

(A)密度 : 1. 320~1. 340g/cm<sup>3</sup>(A) density density : 1.320~1.340 g/g/cm<sup>3</sup><SP>3</SP>;

(B)複屈折率 : 0. 030~0. 070

|   |  |    |  |
|---|--|----|--|
| (B) Double bending/discouraging birefringence ratio : 0.030~0.070   |  |    |  |
| (C) 熱応力のピーク値 : 0.01~0.12 cN/dt  |  | ex |  |
| (C) thermal application/response thermal stress stress *peak value : 0.01~0.0.1 N cN/d  |  | EX |  |
| (D) 沸水収縮率 : 3~40%   |  |    |  |
| (D) * water boiling water shrink ratio : 3~40%  |  |    |  |
| (E) 破断伸度 : 40~140%  |  |    |  |
| (E) breaking elongation at break elongation : 40~140%   |  |    |  |
| (F) 平均粒径 0.01~2 $\mu$ m の酸化チタンを 0.01~3 重量% 含有し、   |  |    |  |
| (F) Average average particle diameter particle diameter 0.01~2; $\mu$ m; $\mu$ m conversion titanium dioxide .01~3 heavy 3 wt% weight % contents                          |  |    |  |
| 且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが 5 $\mu$ m を越える凝集体が 12 個/mg 繊維以下であること。   |  |    |  |
| At same time with agglomerate where titanium dioxide particle gets together the longest section length agglomerate which exceeds 5; $\mu$ m must be 12/m G fiber or less. |  |    |  |
| (G) U% : 0~2%   |  |    |  |
| (G) U % %: 0 - 2%   |  |    |  |

## 【請求項 2】

繊維軸に対して直行方向の広角 X 線回折強度が下記式を満足することを特徴とする請求項 1 記載のポリエステル繊維。

$$I_1/I_2 \geq 1.0$$

ここで、 $I_1:2\theta=15.5\sim 16.5^\circ$  の最大回折強度

$I_2:2\theta=18\sim 19^\circ$  の平均回折強度

## 【請求項 3】

破断伸度の標準偏差が 0~10%であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のポリエステル繊維。

## 【請求項 4】

請求項 1~3 記載のポリエステル繊維が巻き付けられ、バルジ率が 20%以下であることを特徴と

## [Claim 2]

wide angle x-ray diffraction intensity of direct running direction satisfies below-mentioned formula vis-a-vis the fiber axis polyester fiber . which is stated in Claim 1 which is made feature

$$I_{\text{sub}>1}/I_{\text{sub}>2} \geq 1.0$$

Here, maximum diffraction intensity of  $I_{\text{sub}>1}$ ;  $2\theta = 15.5 - 16.5 \text{ deg}$

Even diffraction intensity of  $I_{\text{sub}>2}$ ;  $2\theta = 18 - 19 \text{ deg}$

## [Claim 3]

standard deviation of elongation at break is 0 - 10% and polyester fiber . which is stated in the Claim 1 or 2 which is made feature

## [Claim 4]

It can wind polyester fiber which is stated in Claim 1 ~3, bulge ratio is 20% or less and cheese package . which is made

するチーズ状パッケージ。

【請求項 5】

巻き付けられている繊維の、糸管上での巻幅 Q が 50~300mm、かつ、重量が 2kg 以上であることを特徴とする請求項 4 記載のチーズ状パッケージ。

【請求項 6】

90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(H)~(K)の要件を満足することを特徴とする仮撚加工糸。

|   |           |            |
|---|-----------|------------|
| (H) 伸縮伸長率                               | :         | 150~300%   |
| (H) extension and retraction elongation | :         | 150 - 300% |
| (I) けん縮数                                | :         | 4~30個/cm   |
| (I) crimp number                        | :         | 4 - 30 /cm |
| (J) スナール数                               | 0~3個/cm   |            |
| Quantity of (J) snarl                   | 0 - 3 /cm |            |

1~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが 5 $\mu$ m を越える凝集体が 12 個/mg 繊維以下であること。

【請求項 7】

けん縮数が 8~25 個/cmであることを特徴とする請求項 6 記載の仮撚加工糸。

【請求項 8】

分子量 300~800 の脂肪族エステル及び/又は 30 deg C におけるレッドウッド粘度が 20~100 秒の鉱物油を 70~100 重量%含む油剤が、仮撚加工糸に対して 0.5~5 重量%付着した請求項 6 又は 7 記載の仮撚加工糸。

【請求項 9】

90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、下記(L)の要件を満足するポリマーを用いて、紡糸時のドラフトが 60~2000 となるようにして紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50~170 deg C で熱処理を行った後、0.02~0.20cN/dtex の巻取張力にて 2000~4000m/分の速度で巻き取ることを特徴と

feature

[Claim 5]

coil width Q on yarn bobbin of fiber which is wound 50 - 300 mm , and weight is 2 kg or greater and cheese package . which is stated in Claim 4 which is made feature

[Claim 6]

90 mole % or more consist of poly trimethylene terephthalate which configuration is done from trimethylene terephthalate repeat unit ,description below (H ) - satisfy requisite of (K ) false-twist yarn . which is made feature

1 - 3 wt% it contains, with agglomerate where at same time the titanium dioxide particle gets together longest section length agglomerate which exceeds 5 $\mu$ m must be 12 /m g fiber or less.

[Claim 7]

crimp number is 8 - 25 /cm and false-twist yarn . which is stated in Claim 6 which is made feature

[Claim 8]

finish to which red wood viscosity in aliphatic ester and/or 30 deg C of molecular weight 300~800 70 - 100 weight % includes mineral oil of 20 - 100 second , vis-a-vis false-twist yarn 0.5 - 5 weight % false-twist yarn . which is stated in Claim 6 or 7 which deposits

[Claim 9]

90 mole % or more regarding to method which poly trimethylene terephthalate which configuration is done melt spinning is done from trimethylene terephthalate repeat unit , extrusion it is from spinneret that draft at time of yarn-spinning becomes with 60 - 2000 making use of polymer which satisfies requisite of below-mentioned (L ), quench doing dissolving multifilament , after it changed into solid multifilament , doing heat treatment with 50 - 170 deg C, manufacturing method . of polyester fiber which with winding

するポリエステル繊維の製造方法。

(L)平均粒径 0.01~2  $\mu$ m の酸化チタンを 0.01~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であって、その最長部長さが 5  $\mu$ m を越える凝集体が 25 個/mg ポリマー以下であること。

#### 【請求項 10】

請求項 1~3 のポリエステル繊維を用いることを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

#### 【請求項 11】

請求項 4 又は 5 記載のチーズ状パッケージに巻き付けられたポリエステル繊維を解舒後、仮撚加工を行うことを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

#### 【請求項 12】

フリクションタイプの仮撚加工機を用いることを特徴とする請求項 10 又は 11 記載の仮撚加工系の製造方法。

### Specification

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、延伸仮撚加工に適したポリトリメチレンテレフタレート部分配向繊維及びそのチーズ状パッケージに関する。

更に詳しくは、本発明は工業的に製造可能で、安定した高速での延伸仮撚加工ができるポリトリメチレンテレフタレート部分配向繊維およびそのチーズ状パッケージに関する。

#### 【0002】

#### 【従来の技術】

ポリトリメチレンテレフタレート(以下「PTT」と略す)を用いた繊維は、低弾性率(ソフトな風合い)、優れた弾性回復性、易染性といったポリアミドに類似した性質と、耐光性、熱セット性、寸法安定性、低吸水性といったポリエチレンテレフタレート(以下「PET」と略す)繊維に類似した性能を併せ持つ画期的なポリマーである。

このような PTT 繊維の特性を最大限に生かせる繊維形態の一つとして仮撚加工系がある。

tension of 0.02 - 0.20 cN/d tex itretracts with velocity of 2000 - 4000 m/min and makesfeature

titanium dioxide of (L ) average particle diameter 0.01~2; $\mu$ m is contained 0.01 - 3 wt% , with agglomerate where at same time titanium dioxide particle gets together, longest section length agglomerate which exceeds 5; $\mu$ m must be 25 /mg polymer orless.

#### [Claim 10]

manufacturing method . of false-twist yarn which uses polyester fiber of Claim 1 ~3 and makes feature

#### [Claim 11]

manufacturing method . of false-twist yarn which polyester fiber which is wound around cheese package which is stated in Claim 4 or 5 after unwinding , does false-twisting and makes feature

#### [Claim 12]

manufacturing method . of false-twist yarn which is stated in Claim 10 or 11 which uses the false twisting machine of friction type and makes feature

#### [Description of the Invention]

#### [0001]

#### [Technological Field of Invention]

this invention regards poly trimethylene terephthalate portion orientation fiber and its cheese package which aresulted for drawing false-twisting .

Furthermore as for details, as for this invention in industrially with the producible , it regards poly trimethylene terephthalate portion orientation fiber and its cheese package which cando drawing false-twisting with high speed which is stabilized.

#### [0002]

#### [Prior Art]

fiber which uses poly trimethylene terephthalate (Below "PTT " with you abbreviate. ) low elastic modulus (soft texture ) , is epoch-making polymer which has performance which resembles to polyethylene terephthalate (Below "PET " with you abbreviate. ) fiber such as property and light resistance , heat set property , dimensional stability , low moisture absorption which resemble to polyamide such as elastic recovery , ease of dyeing which issuperior.

characteristic of PTTfiber a this way is utilized to maximum limit , there isa false-twist yarn \* as one of fiber form .

PTT 繊維の仮撚加工系は、特開平 9-78373 号公報、特開平 11-093026 号公報に記載されているように、PTT と類似の構造を有する繊維、例えば PET 繊維等のポリエステル繊維に比較して、弾性回復性、ソフト性に富むので、ストレッチ用原系として極めて優れたものとなるからである。

## 【0003】

しかしながら、上記公報では仮撚加工に用いている供給原系は、紡糸、延伸といった 2 段階の工程により製造した延伸繊維であるため、生産性を上げることが困難であり、繊維製造コストが高くなってしまう。

また、供給原系が延伸系であるため、生産性の高い高速での延伸仮撚加工を行うことはできない。

PET 繊維と同様に、1 段階の工程で製造した PTT の部分配向繊維(以下「POY」と略す)を用いて仮撚加工を行うことも考えられる。

## 【0004】

仮撚加工に用いる PTT-POY に関する先行技術は、「ChemicalFibers International」47 巻、1997 年 2 月発行、72~74 頁に開示されている。

ここではポリマーを押出して冷却固化した後、仕上げ剤を付与し、ゴデットロールを用いず、あるいは冷たいゴデットロールを介した後、3~6000m/分で巻き取った繊維が開示されている。

また、特開平 11-229276 号公報には特定の仕上げ剤を付与し、3300m/分で巻き取った複屈折率が 0.059、伸度 71% の PTT-POY が開示されている。

## 【0005】

しかしながら本発明者らの検討によると、これらに記載されている PTT-POY は、糸管上で糸が大きく収縮して糸管を締め付けるために、通常工業生産している糸量を巻取ると糸管が変形し、チーズ状パッケージを巻取機のスピンドルより取り外すことが困難となる。

このような状況では、たとえ強度の大きい糸管を使って糸管の変形を抑えたとしても、バルジと呼ばれるパッケージ側面が膨れる現象が見られたり、チーズの内層で糸が強く締まったりする。

Because false-twist yarn of PTT fiber, as stated in Japan Unexamined Patent Publication Hei 9-78373 disclosure, Japan Unexamined Patent Publication Hei 11-093026 disclosure, by comparison with fiber, for example PET fiber or other polyester fiber which possesses PTT and similar structure, because it is rich to elastic recovery, softness, becomes something which quite is superior as raw fiber for stretch.

## [0003]

But, with above-mentioned disclosure supply raw fiber which has been used for false-twisting because it is a drawn fiber which is produced 2-stage such as yarn-spinning, drawing with step, increases productivity, being difficult, fiber production cost becomes high.

In addition, because supply raw fiber is drawn fiber, it is not possible to do drawing false-twisting with high speed where productivity is high.

In same way as PET fiber, it is thought that false-twisting is done making use of portion orientation fiber (Below "POY" with you abbreviate.) of PTT which is produced with step of single step.

## [0004]

prior art regarding PTT-POY which is used for false-twisting, is disclosed in "ChemicalFibers international" Vol. 47, 1997 February issue and 72 - 74 page.

Here doing to push out polymer, cooling and solidification after doing, it grants the finishing agent, does not use godet roll, or is through cool godet roll after, the fiber which is retracted with 3 - 6000 m/min is disclosed.

In addition, specific finishing agent is granted to Japan Unexamined Patent Publication Hei 11-229276 disclosure, birefringence ratio which is retracted with 3300 m/min is disclosed 0.059, PTT-POY of elongation 71%.

## [0005]

But, yarn contracting largely on yarn bobbin, when amount of yarn which industrial manufacturing has been made in order to tighten yarn bobbin, usually is retracted yarn bobbin deforms PTT-POY which is stated in these, with examination of these inventors, cheese package is removed spindle of winder compared to, becomes difficult.

With status a this way, using yarn bobbin where intensity is large even if, assuming, that you held down deformation of yarn bobbin, you can see phenomenon where package side surface which is called bulge swells, yarn tightens hard with inner layer of cheese.

このため糸を解舒する時の張力が高くなると共に、張力変動も大きくなり、仮撚加工時に毛羽、糸切れが多発したり、巻縮むらや染色むらが発生したりする。

[0006]

上記のように繊維が収縮する理由としては次の2つが考えられる。

1) PET と異なり、PTT はジグザグ状の分子構造を有しているのでガラス転移点(以下「T<sub>g</sub>」と略す)が 30-50 deg C と低いので室温でも分子が運動して収縮してしまうからである。

2) 弾性回復率が高いために巻き取った際の応力が緩和されずに残るためである。

また本発明者らの検討によると、室温付近で保管した場合には、PET-POY の物性がほとんど変化しないのとは異なり、上記文献や公報に開示されている PTT-POY では沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が経時変化してしまう。

このため工業的に仮撚加工を行うこと、即ち長期間にわたって同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することができない。

[0007]

繊維の構造を固定する技術としては特公昭 63-42007 号公報に、PET と PTT 及び/又はポリブチレンテレフタレートブレンドしたポリマーを溶融吐出し、冷却固化した後、加熱ローラにより熱処理し、次いで 3500m/分以上の速度で巻き取り、切断伸度(破断伸度)60%以下、沸水収縮率 7%以下の繊維を製造する方法が示されている。

該公報中には比較例として、PTT ホモポリマー、および PET が 10 重量%ブレンドされた PTT 共重合ポリマーを上記と同様の方法にて 180 deg C に加熱し、4000m/分で巻き取った破断伸度 33%、沸水収縮率 4%程度の繊維も開示されている。

このように、該公報ではローラで加熱する方式の高速紡糸と、それによって得られる PTT 繊維が記載されている。

[0008]

しかしながら、該公報記載の発明の目的は、得られる繊維をそのまま衣料用の繊維として使用し、この際にシボ立て性を改善するために結晶

Because of this when unwinding doing yarn , as tension becomes high, also tension variation becomes large, fluff , yarn break occurs frequently at time of false-twisting , \* it shrinks, and others and the dyeing unevenness occurs.

[0006]

As description above you can think following two as reason which fiber contracts.

1) Unlike PET , because PTT has had molecular structure of the zigzag shape , because glass transition temperature (Below "T<sub>g</sub> " with you abbreviate. ) 30 - 50 deg C is low, molecule motion doing even with room temperature , because it contracts.

2) Case where it retracts because elastic recovery ratio is high is because stress without being eased it remains.

In addition when with examination of these inventors , it keeps with the room temperature vicinity , property of PET -POY does not change for most part, with above-mentioned literature and PTT-POY which is disclosed in the disclosure peak value or other property of boiling water shrink ratio and thermal stress change over time does unlike.

Because of this false-twisting is done in industrially , without occurrence of fluff , yarn break namely over long period stabilizing false-twist yarn of same quality , it produces it is not possible .

[0007]

In Japan Examined Patent Publication Sho 63-42007 disclosure , PET and PTT and/or polybutylene terephthalate melt spinning it does polymer which blended as technology which locks structure of fiber , the heat treatment it does cooling and solidification after doing, with heated roll , next windup , elongation at break (elongation at break ) method which produces fiber of 60% or less , boiling water shrink ratio 7% or less is shown with the velocity of 3500 m/min or higher .

In said disclosure PTT homopolymer , and PET heat PTT copolymer which 10 weight % blend is done to 180 deg C with method which is similar to description above as Comparative Example , also fiber of elongation at break 33% , boiling water shrink ratio 4% extent which is retracted with 4000 m/min is disclosed.

this way, with said disclosure high speed yarn-spinning of system which is heated with roller and PTT fiber which is acquired with that are stated.

[0008]

But, advancing crystallization in order objective of invention which is stated in said disclosure uses fiber which is acquired to improve emboss raising characteristic this occasion that



化を進めて収縮を抑制する技術である。

このため得られる繊維は伸度の低い延伸糸であり、高速での延伸仮撚加工を行うことはできない。

更に、本発明者らの検討によると、PTT にて POY を製造した場合、PET 等に比べて繊維の形態や構造にムラが発生しやすい。

このため破断伸度などの繊維物性ムラが大きくなりやすく、高速にて延伸仮撚加工を行うと毛羽や糸切れが発生しやすい。

このような問題については上記の文献や公報には全く記載、示唆されていない。

#### 【0009】

繊維の形態や構造のムラが大きくなる原因としては次の 2 つが考えられる。

1) PTT は融点が低いために熔融粘度が低く、かつ Tg が低いために、高速で巻き取る POY では繊維が不均一に延伸されて構造ムラが発生してしまう。

2) PET や PBT に比べ、PTT は繊維の光沢を抑制するために添加する酸化チタンが凝集しやすい。

この酸化チタンの凝集物が欠陥となってしまう。

#### 【0010】

紡糸時の安定性を高める技術としては、大韓民国公開特許第 98051331 号公報には、固有粘度 0.55~0.75 のポリマーを用いて、20 deg C 以下の冷却風をあててポリマーを固化させ、4000m/分以下の紡糸速度で巻き取る PTT-POY の製造方法が開示されている。

該公報では紡糸時の毛羽や糸切れを抑制するために、固有粘度の低いポリマーを用い、低温の冷却風を用いている。

しかしながら、固有粘度の低いポリマーを用いると熔融粘度が低くなるため繊維構造のムラや U% などの繊維形態のムラが発生して伸度等の物性ムラは大きくなってしまいます。

また低温の冷却風を用いても繊維の形態ムラや構造ムラを十分抑制することはできない。

way as fiber of the clothing , it is a technology which controls contraction.

Because of this as for fiber which is acquired with drawn fiber where elongation is low, it is not possible to do drawing false-twisting with the high speed .

Furthermore, when with examination of these inventors , POY is produced with PTT, unevenness is easy to occur in morphology and structure of fiber in comparison with PET etc.

Because of this elongation at break or other fiber property unevenness is easy to become large, when drawing false-twisting is done with high speed , fluff and yarn break are easy to occur.

Concerning problem a this way completely not being stated and being suggested by above-mentioned literature and disclosure .

#### 【0009】

You can think following two as cause where morphology of the fiber and unevenness of structure become large.

1) As for PTT melt viscosity is low because melting point is low, because at same time Tg is low, with POY which is retracted with high speed fiber being drawn in nonuniform , structure unevenness occurs.

2) In comparison with PET and PBT , as for PTT the titanium dioxide which is added in order to control luster of fiber is easy to cohere.

agglomerate of this titanium dioxide becomes defect .

#### 【0010】

Applying cooling air of 20 deg C or less making use of polymer of the inherent viscosity 0.55~0.75, solidification doing polymer , manufacturing method of PTT-POY which it retracts with spinning rate of 4000 m/min or less is disclosed in Republic of Korea Unexamined Patent Publication 98051331 disclosure as the technology which raises stability at time of yarn-spinning .

With said disclosure cooling air of low temperature is used fluff at time of yarn-spinning and in order to control yarn break , making use of polymer where inherent viscosity is low.

But, when polymer where inherent viscosity is low is used because melt viscosity becomes low, unevenness of fiber structure and unevenness of U% or other fiber form occurring, elongation or other property unevenness becomes large.

In addition morphology unevenness of fiber and it is not possible making use of cooling air of low temperature fully to control structure unevenness

このため該公報にて得られる繊維を高速の延伸仮撚加工すると毛羽、糸切れが多発してしまう。

【0011】

酸化チタンに関しては、米国特許第 3681188 号明細書の実施例に酸化チタンを 0.1 重量%含む PTT が開示されている。

しかしながら、酸化チタンの分散性の技術的意味や、酸化チタンの分散性が繊維物性に与える影響については全く言及されていない。

このように巻締まりやバルジが発生せず、仮撚加工時の毛羽が糸切れが抑制され、長期間安定して工業的に高速の延伸仮撚加工ができる PTT 繊維について開示している先行技術は全くない。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らの検討の結果、1 段工程にて製造する仮撚加工に適した PTT-POY 及びその製造法において従来技術では以下の問題があることが分かった。

(1)巻糸が収縮して、糸管を締め付け、チーズ状パッケージを巻取り機のスピンドルより取り外すことができなくなったり、バルジが発生したりする。

このため、工業的に製造されている PET 並みの糸量のチーズ状パッケージを巻き取ることができない。

(2)PTT は室温で保管していても沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が変化してしまうため、工業的に延伸仮撚加工を行うこと、すなわち長期間にわたって同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することができない。

【0013】

(3)PTT は熔融粘度が低く、かつ  $T_g$  が低いために高速で巻き取る POY では、ポリマーが紡口より押し出された後、固化するまでに不均一に延伸されて構造ムラが発生しやすい。

また、PET や PBT に比べ、PTT は繊維の光沢を抑制するために添加する酸化チタンが凝集しやすい。

このため繊維の構造ムラや U%等の形態ムラが

control structure unevenness .

Because of this when fiber which is acquired with said disclosure is done drawing false-twisting of high speed fluff , yarn break occurs frequently.

【0011】

In regard to titanium dioxide , PTT which 0.1 weight % includes titanium dioxide in Working Example of U. S. Patent No. 3681188specification is disclosed.

But, concerning influence which dispersivity of technically meaning and the titanium dioxide of dispersivity of titanium dioxide gives to fiber property it is not referredcompletely.

this way tightening and bulge do not occur, completely thereis not a prior art which has been disclosed concerning PTTfiber where the fluff at time of false-twisting is controled, does and yarn break the long term stability can designate drawing false-twisting of high speed as industrially .

【0012】

[Problems to be Solved by the Invention]

With Prior Art there is a problem below, result of examination of the these inventors , in PTT-POY and its production method which are suited for false-twisting whichis produced with single stage step understood .

(1) volumen yarn contracting, yarn bobbin is tightened, cheese package isremoved from spindle of winding machine , it becomes impossible ,bulge occurs.

Because of this , cheese package of amount of yarn like PET which isproduced in industrially is retracted, it is not possible .

(2) PTT having kept with room temperature , because peak value or other property of the boiling water shrink ratio and thermal stress changes, does drawing false-twisting in industrially , withoutoccurrence of fluff , yarn break namely over long period stabilizing false-twist yarn ofsame quality , it produces it is not possible .

【0013】

(3) PTT melt viscosity is low, with POY which because at thesame time  $T_g$  is low is retracted with high speed , after the polymer was pushed out from spinneret , until solidification it does, beingdrawn in nonuniform , structure unevenness is easy to occur.

In addition, as for PTT titanium dioxide which is added in order tocontrol luster of fiber is easy to cohere in comparison with PET and PBT .

Because of this structure unevenness and U%or other

発生して、伸度等の物性ムラが大きくなってしまい、高速にて延伸仮撚加工を行うと、毛羽や糸切れが発生しやすくなる。

本発明の目的は、工業的に製造可能で、安定して高速での延伸仮撚加工ができる PTT 繊維、チーズ状パッケージおよびその製造方法を提供することである。

【0014】

本発明の目的を達成するために解決すべき課題は、上記(1)問題に対応して工業的な製造を可能とするために巻締まりおよびバルジの発生を抑制し、上記(2)問題に対応して工業的な延伸仮撚加工を可能とするために、室温で物性が経時変化しない PTT-POY とし、上記(3)問題に対応して工業的な繊維の製造と後加工を両立させるために、酸化チタンが凝集していない PTT ポリマーを用いて紡糸時のドラフトを適正化して製造した、繊維の構造ムラや形態ムラが少ないために伸度等の繊維物性ムラが小さい PTT-POY とすることである。

【0015】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは鋭意研究した結果、驚くべきことに、酸化チタンが凝集していない PTT ポリマーを用い、特定範囲の紡糸ドラフトにて、特定の条件にて繊維を熱処理して結晶化させ、極低張力にて巻き取る特殊な紡糸法を用いて製造した、特定の範囲内の配向性、結晶性および繊維形態やムラの繊維では、PTT-POY を 1 段階にて製造する際に大きな問題となる巻締まりやバルジの発生を回避でき、かつ延伸仮撚加工などの後加工性を格段に向上できることを見出した。

また、本発明の繊維は、結晶化により繊維の構造が固定されているために、物性が経時変化しにくく、長期間にわたって毛羽、糸切れの発生なく安定して仮撚加工ができることを見出し、本発明を完成した。

【0016】

即ち本発明は以下のとおりのものである。

1.ポリエステル繊維

(I) 90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート線

morphology unevenness of fiber occurring, elongation or other property unevenness becomes large, when drawing false-twisting is done with high speed, the fluff and yarn break become easy to occur.

As for objective of this invention, with producible, stabilizing in the industrially, it is to offer PTT fiber, cheese package and its manufacturing method which can do drawing false-twisting with high speed.

[0014]

In order to achieve objective of this invention problem to be solved, it corresponds to above-mentioned (1) problem and to above-mentioned (2) problem controls occurrence of tightening and bulge in order to make industrial production possible, it corresponds and in order to make industrial drawing false-twisting possible, property makes PTT-POY which change over time is not done with room temperature, Corresponding to above-mentioned (3) problem, in order both achievements to do production and postprocessing of industrial fiber, optimizing doing draft at time of yarn-spinning making use of PTT polymer where titanium dioxide has not cohered, it produced, it is to make PTT-POY where elongation or other fiber property unevenness is small structure unevenness of fiber and because morphology unevenness is little.

[0015]

[Means to Solve the Problems]

Result of diligent research, in surprising fact, with spinning draw of certain range, the heat treatment doing fiber with specific condition making use of PTT polymer where titanium dioxide has not cohered, crystallization doing, it produced the these inventors making use of special spinning method which it retracts with extremely low tension, with fiber of orientation, crystallinity and fiber form and unevenness insidespecific range, When producing PTT-POY with single step, be able to evade the occurrence of tightening and bulge which become large problem, at same time drawing false-twisting or other post processing property was discovered can improve markedly.

In addition, because structure of fiber is locked by crystallization, property change over time is difficult to do fiber of this invention, over long period stabilizing without occurrence of fluff, yarn break, false-twisting is possible, you discovered, completed this invention.

[0016]

Namely this invention is something of as follows.

1. polyester fiber

(I) 90 mole % or more consist of poly trimethylene

返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(A)~(G)の要件を満足することを特徴とするポリエステル繊維。

terephthalate which configuration is done from the trimethylene terephthalate repeat unit, description below (A) - satisfy requisite of (G) polyester fiber, which is made feature

|  |  |    |  |
|--|--|----|--|
| (A)密度 : 1.320~1.340g/cm <sup>3</sup>   |  |    |  |
| (A) density : 1.320~1.340 g/cm <sup>3</sup> ;SP>3</SP>;  |  |    |  |
| (B)複屈折率 : 0.030~0.070  |  |    |  |
| (B) Double bending/discouraging birefringence ratio : 0.030~0.070  |  |    |  |
| (C)熱応力のピーク値 : 0.01~0.12cN/dt   |  | ex |  |
| (C) thermal application/response thermal stress stress *peak value : 0.01~0.0.1 N cN/d   |  | EX |  |
| (D)沸水収縮率 : 3~40%   |  |    |  |
| (D) * water boiling water shrink ratio : 3~40%   |  |    |  |
| (E)破断伸度 : 40~140%  |  |    |  |
| (E) breaking elongation at break elongation : 40~140%  |  |    |  |
| (F)平均粒径0.01~2μmの酸化チタンを0.01~3重量%含有し、  |  |    |  |
| (F) Average average particle diameter particle diameter 01~2;μ m;μ m conversion titanium dioxide .01~3 heavy 3 wt% weight % contents                                 |  |    |  |
| 且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが5μmを越える凝集体が12個/mg繊維以下であること。   |  |    |  |
| At same time with agglomerate where titanium dioxide particle gets together the longest section length agglomerate which exceeds 5;μ m must be 12/m G fiber or less. |  |    |  |
| (G)U% : 0~2%   |  |    |  |
| (G) U % %: 0 - 2%  |  |    |  |

【0017】

(II)(I)において、繊維軸に対して直行方向の広角 X 線回折強度が下記式を満足することを特徴とするポリエステル繊維。

$$I_1/I_2 \geq 1.0$$

ここで、 $I_1:2\theta=15.5\sim16.5^\circ$  の最大回折強度

$I_2:2\theta=18\sim19^\circ$  の平均回折強度

[0017]

wide angle x-ray diffraction strength of direct running direction satisfies below-mentioned formula in (II) (I), vis-a-vis fiber axis polyester fiber, which is made feature

$$I_{<sub>1</sub>}/I_{<sub>2</sub>} \geq 1.0$$

Here, maximum diffraction intensity of  $I_{<sub>1</sub>}:2\theta=15.5-16.5 \text{ deg}$

Even diffraction intensity of  $I_{<sub>2</sub>}:2\theta=18-19 \text{ deg}$

(III)(I)または(II)において、破断伸度の標準偏差が 0~10%であることを特徴とする請求項 1 及び 2 記載のポリエステル繊維。

【0018】

## 2.チーズ状パッケージ

(I)前記本発明のポリエステル繊維(I)~(III)のいずれかが巻き付けられ、バルジ率が20%以下であることを特徴とするチーズ状パッケージ。

(II)(I)において、巻き付けられている繊維の、糸管上での巻幅 Q が 50~300mm、かつ、重量が 2kg 以上であることを特徴とするチーズ状パッケージ。

【0019】

## 3.仮撚加工糸

(I)90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートからなり、下記(H)~(K)の要件を満足することを特徴とする仮撚加工糸。

deg

In (III) (I) or (II), standard deviation of elongation at break is 0 - 10% and polyester fiber . which is stated in Claims 1 and 2 which is made feature

【0018】

## 2.cheese package

polyester fiber of (I) aforementioned this invention (I) - it can wind any of(III), bulge ratio is 20% or less and cheese package . which is made feature

In (II) (I), coil width Q on yarn bobbin of fiber which is wound 50 -300 mm , and weight is 2 kg or greater and cheese package . which is made feature

【0019】

## 3.false-twist yarn

(I) 90 mole % or more consist of poly trimethylene terephthalate which configuration is done from the trimethylene terephthalate repeat unit , description below (H) - satisfy requisite of (K) false-twist yarn . which is made feature

|   |           |             |
|---|-----------|-------------|
| (H)伸縮伸長率                                | :         | 150~300%、   |
| (H) extension and retraction elongation | :         | 150 - 300%, |
| (I)けん縮数                                 | :         | 4~30個/cm    |
| (I) crimp number                        | :         | 4 - 30 /cm  |
| (J)スナール数                                | 0~3個/cm   |             |
| Quantity of (J) snarl                   | 0 - 3 /cm |             |

1~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが 5 μm を越える凝集体が 12 個/mg 繊維以下であること。

1 - 3 wt% it contains, with agglomerate where at same time the titanium dioxide particle gets together longest section length agglomerate which exceeds 5 μm must be 12 /mg fiber or less.

【0020】

(II)(I)において、けん縮数が 8~25 個/cm であることを特徴とする仮撚加工糸。

【0020】

In (II) (I), crimp number is 8 - 25 /cm and false-twist yarn . which is made feature

(III)(I)(II)において、分子量 300~800 の脂肪族エステル及び/又は 30 deg C におけるレッドウッド粘度が 20~100 秒の鉱物油を 70~100 重量%含む油剤が、仮撚加工糸に対して 0.5~5 重量%付着した仮撚加工糸。

In (III) (I) (II), finish to which red wood viscosity in aliphatic ester and/or 30 deg C of the molecular weight 300~800 70 - 100 weight % includes mineral oil of 20 - 100 second , vis-a-vis false-twist yarn 0.5 - 5 weight % false-twist yarn . which deposits

【0021】

## 4.ポリエステル繊維の製造方法

(I) 90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレートを溶融紡糸する方法において、下記(L)の要件を満足するポリマーを用いて、紡糸時のドラフトが 60~2000 となるようにして紡口より押出した溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50~170 deg C で熱処理を行った後、0.02~0.20cN/dtex の巻取張力にて2000~4000m/分の速度で巻き取ることを特徴とするポリエステル繊維の製造方法。

(L)平均粒径 0.01~2  $\mu$ m の酸化チタンを 0.01~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であって、その最長部長さが 5  $\mu$ m を越える凝集体が 25 個/mg ポリマー以下であること。

【0022】

## 5.仮撚加工系の製造方法。

(I)本発明のポリエステル繊維(I)~(III)のいずれかを用いることを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

(II)本発明のチーズ状パッケージ(I)~(II)のいずれかを用いることを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

(III)(I)(II)において、フリクションタイプの仮撚加工機を用いることを特徴とする仮撚加工系の製造方法。

【0023】

以下、本発明を詳細に説明する、

## (1)ポリマー原料等

(i)本発明で用いるポリマーは、90 モル%以上がトリメチレンテレフタレート繰返し単位から構成されるポリトリメチレンテレフタレート(PTT)である。

ここで PTT とは、テレフタル酸を酸成分としトリメチレングリコール(1,3-プロパンジオールともいう)をジオール成分としたポリエステルである。

該 PTT には、10 モル%未満で他の共重合成分を含有してもよい。

そのような共重合成分としては、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-カリウムスルホイソフタル酸、3,5-ジカルボン酸ベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、3,5-ジカルボン酸ベンゼ

【0021】

manufacturing method of 4.polyester fiber

(I) 90 mole % or more regarding to method which poly trimethylene terephthalate which configuration is done melt spinning is done from trimethylene terephthalate repeat unit , extrusion it is from spinneret that draft at time of yarn-spinning becomes with 60 - 2000 making use of polymer which satisfies requisite of below-mentioned (L ),quench doing dissolving multifilament , after it changed into solid multifilament ,doing heat treatment with 50 - 170 deg C, manufacturing method . of polyester fiber which with winding tension of 0.02 - 0.20 cN/d tex it retracts with velocity of 2000 - 4000 m/min and makes feature

titanium dioxide of (L ) average particle diameter 0.01~2; $\mu$ m is contained 0.01 - 3 wt% , with agglomerate where at same time titanium dioxide particle gets together, longest section length agglomerate which exceeds 5; $\mu$ m must be 25 /mg polymer or less.

【0022】

manufacturing method . of 5.false-twist yarn

manufacturing method . of false-twist yarn which polyester fiber of (I ) this invention (I ) - uses the any of (III ) and makes feature

manufacturing method . of false-twist yarn which cheese package of (II ) this invention (I ) - uses the any of (II ) and makes feature

In (III ) (I ) (II ), manufacturing method . of false-twist yarn which uses false twisting machine of the friction type and makes feature

【0023】

Below, this invention is explained in detail,

## (1) polymer starting material etc

As for polymer which is used with (i ) this invention , 90 mole % or more are the poly trimethylene terephthalate (PTT ) which configuration is done from trimethylene terephthalate repeat unit .

It is a polyester which PTT, designates terephthalic acid as acid component here and designates trimethylene glycol (As many as 1 and 3 -propanediol you call ) as diol component .

It is possible to said PTT, to contain other copolymer component under 10 mole % .

As that kind of copolymer component , you can list 5 -sodium sulfo isophthalic acid , 5-potassium sulfo isophthalic acid , 3, 5-dicarboxylic acid benzenesulfonic acid tetra butyl phosphonium salt , 3, 5-dicarboxylic acid benzenesulfonic

ンスルホン酸トリブチルメチルホスホニウム塩、1,4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1,6-ヘキサメチレングリコール、1,4-シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサジメタノール、アジピン酸、ドデカン二酸、1,4-シクロヘキサジカルボン酸等のエステル形成性モノマーが挙げられる。

#### [0024]

本発明に用いるポリマーには、平均粒径  $0.01\sim 2\ \mu\text{m}$  の酸化チタンを  $0.01\sim 3$  重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが  $5\ \mu\text{m}$  を越える凝集体が 25 個/mg ポリマー(この単位は、1mg のポリマー中に含まれる凝集体の数を示す。)以下である必要がある。

このようなポリマーを用いることにより、後で述べるように、紡糸時や後加工時の毛羽や糸切れを抑制できる本発明のポリエステル繊維を得ることができる。

このようなポリマーを得るためには、一度溶剤に酸化チタンを加えて攪拌した後、遠心分離機、フィルター等を用いて酸化チタンの凝集体を取り除いた酸化チタン分散溶液を、重合の任意の段階で反応物に添加し、重縮合反応を完結させて、得ることが好ましい。

#### [0025]

本発明で用いる酸化チタンは、硬度が低く、溶剤への分散性が良好な点でアナターゼ型であることが好ましい。

また、酸化チタンの平均粒径は  $0.01\sim 2\ \mu\text{m}$  である必要があり、好ましくは  $0.05\sim 1\ \mu\text{m}$  である。

平均粒径  $0.01\ \mu\text{m}$  未満は実用的に得ることが困難であり、また凝集体を作りやすい。

また平均粒径が  $2\ \mu\text{m}$  を越えると最長部ながさが  $5\ \mu\text{m}$  を越える凝集体を少なくすることができない。

用いる酸化チタンの粒度分布については特に制限はないが、 $1\ \mu\text{m}$  以上の粒度成分が全体の 20 重量%以下であることが好ましく、10 重量%以下であることが更に好ましい。

#### [0026]

本発明に用いる酸化チタンは溶剤に分散して用いるが、溶剤としては、水、アルコール等に一度

acid tributyl methyl phosphonium salt, 1, 4- butanediol, neopentyl glycol, 1, 6-hexamethylene glycol, 1, 4- cyclohexanediol, 1, 4- cyclohexane dimethanol, adipic acid, dodecanedioic acid, 1, 4- cyclohexane dicarboxylic acid or other esterified monomer.

#### [0024]

titanium dioxide of average particle diameter  $0.01\sim 2\ \mu\text{m}$  0.01 - 3 wt% is contained in the polymer which is used for this invention, with agglomerate where at sametime titanium dioxide particle gets together longest section length it is necessary for agglomerate which exceeds  $5\ \mu\text{m}$  to be 25 /mg gpolymer (this unit shows quantity of agglomerate which is included in polymer of 1 mg . ) or less.

As expressed afterwards by using polymer a this way, at time of yarn-spinning and fluff at time of postprocessing and polyester fiber of the this invention which can control yarn break can be acquired.

In order to obtain polymer a this way, in one time solvent it adds titanium dioxide dispersed solution which removes agglomerate of titanium dioxide after agitating including titanium dioxide, making use of centrifugal separator, filter etc, to reaction product with step of option of polymerization, completing, it obtains, condensation polymerization it is desirable.

#### [0025]

As for titanium dioxide which is used with this invention, hardness is low, it is anatase in point where dispersivity to solvent is satisfactory, is desirable.

In addition, as for average particle diameter of titanium dioxide it is necessary to be  $0.01\sim 2\ \mu\text{m}$ , it is a preferably  $0.05\sim 1\ \mu\text{m}$ .

You obtain under average particle diameter  $0.01\ \mu\text{m}$  in practical, being difficult, in addition it is easy to make agglomerate.

In addition when average particle diameter exceeds  $2\ \mu\text{m}$ , it decreases agglomerate where longest section length exceeds  $5\ \mu\text{m}$  it is not possible.

Concerning particle size distribution of titanium dioxide which it uses there is not especially restriction. granularity component of  $1\ \mu\text{m}$  or greater is 20 weight % or less of entirety, it is desirable, they are 10 weight % or less, furthermore it is desirable.

#### [0026]

Dispersing to solvent, it uses, titanium dioxide which is used for the this invention, but one time it is good dispersing to

分散させても良いが、高温の重合反応系中へ添加する必要があるので、1、3-プロパンジオールに分散することがより好ましい。

溶剤に分散した酸化チタンは遠心分離のみによっても凝集体を取り除くことができるが、凝集体を少なくするためには、遠心分離後に、フィルタ等を用いて凝集体を取り除くことが望ましい。

フィルタとしては、 $5\mu\text{m}$  を越える粒子を捕集できるものが好ましい。

このようにして得られた酸化チタン分散液は、反応物に添加するまでの間、攪拌又は振盪することが好ましい。

1、3 プロパンジオール中で酸化チタンは沈降、凝集しやすいので、これを抑制するためである。

【0027】

酸化チタン分散溶液は重合の任意の段階で反応物に添加しても良いが、酸化チタンの凝集を抑えるためには、長時間の熱履歴を受けず、且つ反応物が酸化チタンを良好に分散できる粘度となっている、エステル化反応あるいはエステル交換反応終了後、重縮合反応までの間に添加することが好ましい。

本発明に用いるポリマーには必要に応じて、各種の添加剤、例えば、熱安定剤、消泡剤、整色剤、難燃剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、赤外線吸収剤、結晶核剤、蛍光増白剤、酸化チタン以外の艶消し剤などを共重合、または混合してもよい。

【0028】

本発明に用いるポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は0.5~1.4 が好ましく、更に好ましくは 0.80~1.2 の範囲である。

この範囲で強度、紡糸性に優れた繊維を得ることができる。

極限粘度が 0.5 未満の場合は、ポリマーの分子量が低すぎるために熔融粘度が低くなりすぎ、高速で巻き取る POY の製造においては、ポリマーが紡口より押し出された後、固化するまでに不均一に延伸されやすい。

このため本発明の目的である伸度等の物性ムラが小さい繊維を得ることが困難となる。

また、紡糸時や加工時の糸切れや毛羽が発生

water and alcohol etc as solvent, but because it is necessary to add to in polymerization reaction system of high temperature, it disperses in 1 and 3 -propanediol it is more desirable.

titanium dioxide which is dispersed to solvent removes agglomerate even only centrifugal separation, it is possible, but in order to decrease agglomerate, after centrifugal separation, agglomerate is removed making use of filter etc, it is desirable.

As filter, those which can collect particle which exceeds  $5\mu\text{m}$  are desirable.

titanium dioxide dispersion which it acquires this way does, until it adds to the reaction product, between, churning or swing Noboru, it is desirable.

Because titanium dioxide is easy to cohere settling, in 1 and 3 propanediol, is in order to control this.

[0027]

titanium dioxide dispersed solution is good adding to reaction product with step of option of polymerization, but in order to hold down cohesion of the titanium dioxide, it does not receive thermal history of lengthy, it has become the viscosity where at same time reaction product can disperse titanium dioxide satisfactorily, it adds after esterification reaction or ester exchange reaction ending and between to condensation polymerization it is desirable.

To polymer which is used for this invention, or it is possible to copolymerize mix matting agent etc other than according to need, various additive, for example heat stabilizer, foam inhibitor, bluing agent, flame retardant, antioxidant, ultraviolet absorber, infrared absorber, crystal nucleating agent, fluorescent whitener, titanium dioxide.

[0028]

intrinsic viscosity  $[\eta]$  of polymer which is used for this invention 0.5 - 1.4 is desirable, furthermore it is a range of preferably 0.80~1.2.

fiber which in this range is superior in strength, spinning property can be acquired.

When intrinsic viscosity is under 0.5, until melt viscosity becomes too low because molecular weight of polymer is too low, after polymer was pushed out from spinneret at time of producing POY which is retracted with high speed, solidification does, it is easy to be drawn in nonuniform.

Because of this fiber where elongation or other property unevenness which is a objective of the this invention is small is obtained, it becomes difficult.

In addition, as at time of yarn-spinning and yarn break when



しやすくなるとともに、仮燃加工系に要求される強度の発現が困難となる。

逆に極限粘度が 1.4 を越える場合は、熔融粘度が高すぎるために紡糸時にメルトフラクチャーや紡糸不良が生じるので好ましくない。

## 【0029】

本発明に用いるポリマーの製法として、公知の方法をそのまま用いることができる。

即ち、テレフタル酸またはテレフタル酸ジメチルとトリメチレングリコールとを原料とし、チタンテトラブトキシド、酢酸カルシウム、酢酸マグネシウム、酢酸コバルト、酢酸マンガン、二酸化チタンと二酸化ケイ素の混合物といった金属塩の 1 種あるいは 2 種以上を加え、常圧下あるいは加圧下で反応させ、次に、チタンテトラブトキシド、三酸化アンチモン、酢酸アンチモンといった触媒を添加し、250~270 deg C で減圧下反応させる。

また、重合の任意の段階で、好ましくは重縮合反応の前に安定剤を添加することが白度の向上、熔融安定性の向上、PTT オリゴマーやアクロレイン、アリルアルコールといった分子量が 300 以下の有機物の生成を制御できる観点で好ましい。

## 【0030】

## (2)ポリエステル繊維

(I) 本発明のポリエステル繊維としては、下記 (A)~(G) の要件を満足する必要がある。

processing and feather become easy to occur, revelation of strength which is required to false-twist yarn becomes difficult.

When intrinsic viscosity exceeds 1.4 conversely, because because melt viscosity is too high melt fracture and yarn-spinning deficiency occur at time of yarn-spinning it is not desirable.

## [0029]

known method can be used that way as production method of polymer which is used for this invention .

Namely, it designates terephthalic acid or dimethyl terephthalate and trimethylene glycol as starting material , reacting under ambient pressure or under pressurizing including one, two kinds or more of metal salt such as blend of titanium tetra butoxide , calcium acetate , magnesium acetate , cobalt acetate , manganese acetate , titanium dioxide and silicon dioxide , next, it adds catalyst such as titanium tetra butoxide , antimony trioxide , antimony acetate , under vacuum reacts with 250 - 270 deg C.

In addition, with step of option of polymerization, the stabilizer is added before preferably condensation polymerization with viewpoint where molecular weight such as improvement of whiteness , improvement, PTT oligomer and acrolein , allyl alcohol of melt stability can control formation of organic matter of 300 or less is desirable.

## [0030]

## (2) polyester fiber

As polyester fiber of (I) this invention , description below (A) - it is necessary to satisfy requisite of (G) .

|  |  |    |
|--|--|----|
| (A) 密度 : 1.320~1.340 g/cm <sup>3</sup>   |  |    |
| (A) density : 1.320~1.340 g/cm <sup>3</sup>  |  |    |
| (B) 複屈折率 : 0.030~0.070   |  |    |
| (B) Double bending/discouraging birefringence ratio : 0.030~0.070                    |  |    |
| (C) 熱応力のピーク値 : 0.01~0.12 cN/dt   |  | ex |
| (C) thermal application/response thermal stress stress *peak value : 0.01~0.1 N cN/d |  | EX |
| (D) 沸水収縮率 : 3~40%  |  |    |
| (D) * water boiling water shrink ratio : 3~40%                                       |  |    |
| (E) 破断伸度 : 40~140%   |  |    |

|   |  |  |  |
|---|--|--|--|
| (E) breaking elongation at break elongation : 40~140%   |  |  |  |
| (F) 平均粒径0.01~2 $\mu$ mの酸化チタンを0.01~3重量%含有し、  |  |  |  |
| (F) Average average particle diameter particle diameter 01~2; $\mu$ m; $\mu$ m conversion titanium dioxide .01~3 heavy 3 wt% weight % contents                            |  |  |  |
| 且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であってその最長部長さが5 $\mu$ mを越える凝集体が12個/mg繊維以下であること。  |  |  |  |
| At same time with agglomerate where titanium dioxide particle gets together the longest section length agglomerate which exceeds 5; $\mu$ m must be 12/m G fiber or less. |  |  |  |
| (G)U% : 0~2%  |  |  |  |
| (G) U % %: 0 - 2%   |  |  |  |

## 【0031】

本発明の第一の課題である繊維の巻締まりを解消するためには、糸管上で糸が大きく収縮しないように、繊維が結晶化して分子が固定され、かつ分子が過度に配向して緊張した状態になっていないことが重要である。

また本発明の第二の課題である、長期間にわたって同じ品質の仮撚加工糸を毛羽、糸切れの発生なく安定して生産することを可能にするには、繊維が結晶化して分子が固定され、破断伸度、熱応力のピーク値、沸水収縮率などが経時変化しにくいことが重要である。

更に本発明の第三の課題である、毛羽や糸切れの発生のない、安定した高速の延伸仮撚加工を可能にするためには、欠陥とならない酸化チタンを特定量含有し、且つ長さ方向に均一な繊維とすることが重要である。

## 【0032】

従ってこれらの課題を全て達成するためには、ある特定の範囲内の結晶性、配向性をもつ特殊な構造であり、かつ均質な繊維にする必要がある。

結晶性の指標としては、一般的に知られているように、繊維の密度測定が適している。

非晶部に比べ結晶部の密度が大きいので、密度が大きいほど結晶化していると言える。

## 【0031】

In order to cancel tightening of fiber which is a problem of the first of this invention , in order for yarn not to contract largely on yarn bobbin , fiber doing, crystallization molecule is locked, at sametime molecule does orientation excessively and has not become the state which tension is done, it is important .

In addition it is a second problem of this invention , false-twist yarn of same quality stabilizing without occurrence of fluff , yarn break , it produces to make possible, fiber crystallization doing over long period , molecule is locked, peak value , boiling water shrink ratio etc of elongation at break , thermal stress is difficult to do change over time , it is important .

Furthermore it is a third problem of this invention , in order to make drawing false-twisting of high speed which is not occurrence of fluff and yarn break , stabilizes possible, certain amount it contains titanium dioxide which does not become defect , at same time makes uniform fiber in longitudinal direction it is important .

## 【0032】

Therefore in order all to achieve these problem , with special structure which has crystallinity , orientation inside a certain specific range, it is necessary at same time to make uniform fiber .

As crystalline index, in order to be known generally, density measurement of fiber is suitable.

Because density of crystalline part is large in comparison with noncrystalline part , when density is large, you can say that crystallization it has done.

また、広角 X 線回折による結晶由来ピークの観察も結晶性の指標として用いることができる。

配向性の指標としては、繊維の複屈折率が適している。

【0033】

巻締まりや繊維の経時変化に大きく関与する、分子の配向状態、緊張状態、固定状態を表すことのできる値としては、熱応力のピーク値、沸水収縮率及び破断伸度が適している。

また、繊維ムラの指標としては、凝集した酸化チタンの数、U%が適している。

また破断伸度の標準偏差も繊維ムラの指標として用いることができる。

従って、繊維の密度、複屈折率、熱応力のピーク値、沸水収縮率、破断伸度、含有する酸化チタン及び U%が前記の範囲を満足することで、はじめて巻締まりやバルジの発生がなく工業的に製造可能で、毛羽や糸切れ無く安定した高速での延伸仮燃加工ができる PTT-POY となる。

【0034】

(i) 密度(A)

密度は  $1.320 \sim 1.340 \text{ g/cm}^3$  である必要がある。

密度が  $1.340 \text{ g/cm}^3$  を越えると巻崩れが発生してしまう。

理由は明確ではないが、繊維の結晶性が上がることによって繊維自体や繊維の表面が硬くなるために、糸と糸を接触させたときの面積が小さくなり、糸-糸間の静摩擦係数が下がるからではないかと考えられる。

また、仮燃加工の際に毛羽や糸切れが発生しやすくなり、工業的に安定して仮燃加工を行うことができなくなってしまう。

一方、密度が  $1.320 \text{ g/cm}^3$  未満では結晶化が十分進んでいないために繊維が固定されておらず、繊維が収縮して巻締まりが発生してしまったり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって同一条件にて同じ品位の仮燃加工糸を得ることができなかつたりする。

密度は好ましくは  $1.322 \sim 1.336 \text{ g/cm}^3$ 、更に好ましくは  $1.326 \sim 1.334 \text{ g/cm}^3$  である。

【0035】

In addition, you can use with wide angle x-ray diffraction observation of crystal derivative peak as crystalline index.

As index of orientation, birefringence ratio of fiber is suitable.

[0033]

peak value, boiling water shrink ratio and elongation at break of thermal stress are suitable as value which can participate in change over time of tightening and fiber largely, display oriented state, tensioned state, fixed state of molecule.

In addition, quantity of titanium dioxide which coheres as index of the fiber unevenness, U% is suitable.

In addition you can use standard deviation of elongation at break as index of fiber unevenness.

Therefore, peak value, boiling water shrink ratio, elongation at break, of density, birefringence ratio, thermal stress of fiber by fact that the titanium dioxide and U% which are contained do to satisfy aforementioned range, for first time there is not occurrence of tightening and the bulge and in industrially with producible, it becomes PTT-POY which can do drawing false-twisting with high speed which is stabilized without fluff and yarn break.

[0034]

(i) density (A)

As for density it is necessary to be  $1.320 \sim 1.340 \text{ g/cm}^3$ .

When density exceeds  $1.340 \text{ g/cm}^3$ , volumen deterioration occurs.

Reason is not clear. crystallinity of fiber rises, because surface of fiber itself and the fiber becomes hard depending upon, when contacting, surface area to become small, because static coefficient of friction between yarn-yarn goes down, that you can think of yarn and yarn whether is not.

In addition, fluff and yarn break become easy to occur case of false-twisting, stabilize in industrially and do false-twisting it becomes impossible.

On one hand, density under  $1.320 \text{ g/cm}^3$  crystallization fully fiber not being locked because it is not advanced, fiber contracting, tightening occurs, property of fiber does and change over time cannot acquire false-twist yarn of same quality with identical condition over long period.

density preferably  $1.322 \sim 1.336 \text{ g/cm}^3$ , furthermore is preferably  $1.326 \sim 1.334 \text{ g/cm}^3$ .

[0035]

## (ii) 複屈折率(B)と熱応力のピーク値(C)との関係

繊維の複屈折率は 0.030~0.070、熱応力のピーク値は 0.01~0.12cN/dtex である必要がある。

繊維の複屈折率が 0.070 を越えるか、あるいは熱応力のピーク値が 0.12cN/dtex を越えると繊維の収縮する力が強く、巻き取った後に大きく収縮し、巻締まりが発生してしまう。

一方、繊維の複屈折率が 0.030 未満か、あるいは熱応力のピーク値が 0.01 未満では、配向性が低くかつ結晶化していないために室温で保存していても沸水収縮率などの物性が経時変化してしまう。

また、経時変化を抑制するために熱処理して結晶化させると繊維が脆くなってしまう。

従って、どちらの場合も延伸仮撚加工を工業的に行うことはできない。

繊維の複屈折率は好ましくは 0.035~0.065 であり、更に好ましくは 0.040~0.060 である。

また、熱応力のピーク値は好ましくは 0.015~0.10cN/dtex であり、更に好ましくは 0.02~0.08cN/dtex である。

【0036】

## (iii) 沸水収縮率(D)

繊維の沸水収縮率は 3~40%である必要がある。

沸水収縮率が 40%を越える場合は、結晶化が進んでいないため構造が固定されず、巻締まりが発生したり、室温で保存していても沸水収縮率や熱応力のピーク値などの物性が変化してしまい、長期間にわたって毛羽、糸切れの発生なく安定して仮撚加工糸を生産することができなくなる。

また 3%未満では、繊維が脆くなり毛羽、糸切れが多発するために仮撚加工が困難となる。

沸水収縮率は好ましくは 4~20%であり、更に好ましくは、5~15%である。

【0037】

## (iv) 破断伸度(E)

破断伸度は 40~140%であることが必要である。

破断伸度が 40%未満では伸度が低すぎるために、紡糸時や仮撚加工時に毛羽や糸切れが発生しやすくなる。

## (ii) birefringence ratio (B) with peak value of thermal stress (C) with relationship

birefringence ratio of fiber 0.030 - 0.070, peak value of thermal stress has thenecessity to be 0.01 - 0.12 cN/d tex.

When birefringence ratio of fiber exceeds 0.070, or or peak value of the thermal stress exceeds 0.12 cN/d tex, after power which fiber contracts isstrong, retracting it contracts largely, tightening occurs.

On one hand, birefringence ratio of fiber under 0.030, or peak value of the thermal stress does under 0.01, orientation to be low and because crystallization ithas not done retaining with room temperature , boiling water shrink ratio or other property change over time .

In addition, heat treatment making in order to control change over time , when the crystallization it does, fiber becomes brittle.

Therefore, in case of which it is not possible to do drawing false-twisting in the industrially .

birefringence ratio of fiber with preferably 0.035~0.065, furthermore is preferably 0.040~0.060.

In addition, peak value of thermal stress with preferably 0.015~0.1 0cN/d tex, furthermore is the preferably 0.02~0.08cN/d tex.

【0036】

## (iii) boiling water shrink ratio (D)

As for boiling water shrink ratio of fiber it is necessary to be 3 - 40%.

When boiling water shrink ratio exceeds 40%, because crystallization is not advanced, the structure not to be locked, tightening occurring, retaining with room temperature peak value or other property of boiling water shrink ratio and thermal stress changes, over long period stabilizing without occurrence of fluff , yarn break , produces false-twist yarn becomes impossible .

In addition under 3%, fiber becomes brittle and false-twisting becomesdifficult because fluff , yarn break occurs frequently.

boiling water shrink ratio with preferably 4~20%, furthermore is preferably , 5~15%.

【0037】

## (iv) elongation at break (E)

elongation at break is 40 - 140%, it is necessary .

elongation at break under 40% because elongation is too low, at time of the yarn-spinning and fluff and yarn break becomes easy to occur at time of false-twisting .

破断伸度が 140%を越える場合は、繊維の配向度が低すぎかつ結晶化が進んでいないために、非常に経時変化しやすいか、あるいは配向度が低すぎかつ結晶化が進んでいるために、非常に脆くなってしまうために工業的に仮撚加工を行うことができない。

破断伸度の好ましい範囲は 50~120%である。

【0038】

破断伸度の標準偏差は 0~10%であることが好ましい。

破断伸度の標準偏差は、20 点のサンプルについて繊維の破断伸度を測定した結果より求めた。

破断伸度の標準偏差が 10%を越える場合は、繊維の伸度ムラが大きく、高速での延伸仮撚加工時に毛羽や糸切れが多発してしまう。

標準偏差は小さければ小さいほどよく、0%が最も好ましい。

破断伸度の標準偏差のより好ましい範囲は 0~7%であり、特にに好ましくは 0~5%である。

また、20 点のサンプルについて破断伸度を測定した際に、下記式を満足することが好ましい。

伸度の最低値(%)>伸度の平均値(%) - 伸度の標準偏差(%) × 2

上記式を満足することで、延伸仮撚加工時の毛羽や糸切れを極めて少なくすることができる。

【0039】

(v)酸化チタン(F)

本発明のポリエステル繊維は平均粒径 0.01~2 μm の酸化チタンを 0.01~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であって、その最長部長さが 5 μm を越える凝集体が 12 個 /mg 繊維以下である必要がある。

本発明の繊維には、艶消し剤及び摩擦係数の低減の観点から平均粒径 0.01~2 μm の酸化チタンを 0.01~3 重量%含有させる必要がある。

PTT は PET や PBT に比べ大きな摩擦係数をもつ。

このため紡糸時や仮撚加工時に毛羽や糸切れが発生しやすい。

繊維が酸化チタンを含有すると、摩擦係数を下

When elongation at break exceeds 140%, degree of orientation of fiber to be too low and very change over time it is easy to make because crystallization is not advanced, degree of orientation to be too low and because crystallization is advanced, because it becomes very brittle in industrially false-twisting it does, it is not possible .

Range where elongation at break is desirable is 50 - 120%.

[0038]

standard deviation of elongation at break is 0 - 10%, it is desirable .

It sought standard deviation of elongation at break , from result of measuring the elongation at break of fiber concerning sample of 20 points.

When standard deviation of elongation at break exceeds 10%, elongation unevenness of fiber is large, feather and yarn break occur frequently at time of the drawing false-twisting with high speed .

standard deviation if it is small, it should have been small, 0% is most desirable.

Range where standard deviation of elongation at break is more desirable with 0 - 7%, especially is preferably 0~5%.

In addition, occasion where elongation at break was measured concerning the sample of 20 points, below-mentioned formula is satisfied is desirable.

average of minimum value (%) > elongation of elongation (%) - elongation standard deviation (%) X 2

By fact that above Formula is satisfied, fluff and yarn break at time of drawing false-twisting quite can be made little.

[0039]

(v) titanium dioxide (F)

polyester fiber of this invention 0.01 - 3 wt% contains titanium dioxide of the average particle diameter 0.01~2; μm , with agglomerate where at same time titanium dioxide particle gets together, longest section length it is necessary for agglomerate which exceeds 5; μm to be 12 /mg fiber or less.

It is necessary 0.01 - 3 wt% to contain titanium dioxide of average particle diameter 0.01~2; μm from viewpoint of decrease of matting agent and coefficient of friction in the fiber of this invention .

PTT has large coefficient of friction in comparison with PET and the PBT .

Because of this at time of yarn-spinning and fluff and the yarn break are easy to occur at time of false-twisting .

When fiber contains titanium dioxide , coefficient of friction

げることができ、紡糸時や仮撚加工時の毛羽や糸切れを抑制することができるからである。

酸化チタンの含有率が 0.01 重量%未満では摩擦係数の低減効果が小さくなったり、光沢が高すぎ安っぽくなったりする。

一方、3 重量%を越えると摩擦係数の低減効果が飽和に達するだけでなく、酸化チタンが繊維より剥がれ落ち、紡糸機や巻取機を汚したりする。

好ましくは 0.03~2 重量%である。

【0040】

本発明に用いる繊維は、酸化チタン粒子が集まった凝集体であって、その最長部長さが  $5\mu\text{m}$  を越える凝集体が、12 個/mg 繊維(この単位は、1mg の繊維中に含まれる凝集体の数を示す。)以下である必要がある。

この条件を満たすことで、本発明のポリエステル繊維の伸度等の物性ムラを抑制できるからである。

より好ましくは 10 個/mg 繊維以下、特に好ましくは 7 個/mg 繊維以下である。

【0041】

(vi)U%(G)

本発明のポリエステル繊維は U%が 0~2%である必要がある。

U%は、ツェルベガーウスター株式会社製 USTER・TESTER3 により繊維試料の質量の変動より求めた値である。

該装置では電極間に繊維試料を通した際の誘電率の変化により質量の変動を測定することができる。

一定速度にて該装置を通すと図 1 に示すようなむら曲線が得られる。

この結果より図 1 中の式(1)に従って U%を求めることができる。

U%が 2%を越える場合は、仮撚加工時に毛羽や糸切れが多発したり、染めムラや倦縮ムラの大きい仮撚加工糸しか得られなくなってしまう。

U%は 1.5%以下であることが好ましく、更に好ましくは 1.0%以下である。

もちろん U%は低ければ低いほど良い。

is lowered, it to be possible, because at time of yarn-spinning and fluff attime of false-twisting and yarn break can be controled.

content of titanium dioxide under 0.01 weight % reducing effect of coefficient of friction becomessmall, luster to be too high, \* \* \* becomes cheaply.

On one hand, when it exceeds 3 wt%, reducing effect of coefficient of friction in the saturated not only reaching, titanium dioxide delamination, spinning machine and winder arepolluted from fiber.

It is a preferably 0.03~2 wt%.

【0040】

As for fiber which is used for this invention, with agglomerate where the titanium dioxide particle gets together, longest section length agglomerate which exceeds  $5\mu\text{m}$ , has necessity to be 12 /m g fiber (this unit shows quantity of agglomerate which is included in fiber of 1 mg.) or less.

Because by fact that this condition is filled up, elongation or other property unevenness of the polyester fiber of this invention can be controled.

It is below more preferably 10/m g fiber and below particularly preferably 7 /mg fiber.

【0041】

(vi) U% (G)

As for polyester fiber of this invention it is necessary for U% to be 0 -2%.

U% is value which was sought from fluctuation of mass of fiber sample with Zellweger Worchester KK make Uster \* TESTER3.

With said device case where it passes through fiber sample between the electrode fluctuation of mass can be measured due to change of dielectric constant.

When it passes through said device with constant rate, unevenness kindof curve which is shown in Figure 1 is acquired.

Following to Formula (1) in Figure 1 from this result, it seeks the U%, it is possible.

When U% exceeds 2%, it occurs frequently at time of the false-twisting and/or, only false-twist yarn where dyeing unevenness and \* shrinkage unevenness are large not be able to acquire feather and yarn break itbecomes.

U% is 1.5% or less, it is desirable, furthermore it is a preferably 1.0% or less.

Of course, U% if it is low, low extent is good.

【0042】

(II)ポリエステル繊維の物性等

(i)強度

本発明のポリエステル繊維の強度は、1.3cN/dtex 以上であることが好ましい。

1.3cN/dtex 未満では強度が低いために、糸を解舒する際や仮燃加工を行う際に毛羽や糸切れが多発してしまう。

好ましくは、1.5cN/dtex 以上、更に好ましくは1.7cN/dtex 以上である。

(ii)広角 X 線回折による結晶由来の回折ピークの観察

本発明においては、繊維が結晶化していること、すなわち広角 X 線回折にて結晶由来の回折ピークが観察されることが好ましい。

【0043】

以下、広角 X 線回折について図面を用いて詳述する。

X 線を繊維に対して垂直方向より照射した際の繊維軸に対して直行方向の回折パターンの代表的な例として、図 2-(イ)に結晶に由来する回折ピークが観察される場合のパターンを、図 2-(ロ)に結晶に由来する回折ピークが観察されない場合のパターンを示す。

ここで X 線は CuK $\alpha$  線を用いている。

PTT が三斜晶形に属した結晶形をとることが知られており、(Polym.Prepr.Jpn., Vol.26,p427(1997)) このため繊維が結晶化している場合は、繊維軸に対して直行方向の  $2\theta=15.5^\circ$  付近に(010)面に由来する回折ピークが観察される。

【0044】

本発明においては、図 2-(イ)に示したように、繊維軸に対して直行方向の広角 X 線回折強度が下記の式を満足するかどうかで、回折像が観察されたかどうかの判定を行った。

$$I_1/I_2 \geq 1.0$$

ただし、 $I_1:2\theta=15.5\sim 16.5^\circ$  の最大回折強度

$I_2:2\theta=18\sim 19^\circ$  の平均回折強度

【0042】

property etc of (II) polyester fiber

(i) strength

strength of polyester fiber of this invention is 1.3 cN/d tex or more, it is desirable .

1.3 When under cN/d tex because strength is low, unwinding doing yarn and fluff and yarn break occur frequently occasionwhere false-twisting is done.

Above preferably , 1.5cN/d tex, furthermore it is above preferably 1.7cN/d tex.

With (ii) wide angle x-ray diffraction observation of diffraction peak of crystal derivation

Regarding to this invention, fiber has done crystallization , namely diffraction peak of crystal derivation is observed with wide angle x-ray diffraction is desirable.

【0043】

Below, concerning wide angle x-ray diffraction you detail making use of drawing .

Case where X-ray was irradiated from perpendicular direction vis-a-vis the fiber pattern when diffraction peak which in Figure 2 - (J2 ) derives in the crystal as representative example of diffraction pattern of direct running direction vis-a-vis fiber axis , is observed, pattern when diffraction peak which in Figure 2 - (jp2 ) derives in crystal is not observed is shown.

X-ray has used CuK $\alpha$  line here.

Because of Polymer Preprints, Japan , Vol.26, p427 (1997) this when fiber crystallization it has done,diffraction peak which in  $2\theta = 15.5$  deg vicinity of direct running direction derives in the(010) plane vis-a-vis fiber axis is observed. crystal shape where PTT belongs to triclinic crystal shape is taken, it is known,

【0044】

Regarding to this invention, as shown in Figure 2 - (J2 ), whether or not the wide angle x-ray diffraction strength of direct running direction satisfies below-mentioned formula, vis-a-vis the fiber axis it decided whether or not with, diffraction image was observed of.

$$I_{<sub>1</sub>}/I_{<sub>2</sub>} \geq 1.0$$

However, maximum diffraction intensity of  $I_{<sub>1</sub>}$   $</sub>:2\theta = 15.5 - 16.5$  deg

Even diffraction intensity of  $I_{<sub>2</sub>} </sub>:2\theta = 18 - 19$  deg

一方、図 2-(ロ)では非晶に由来するブロードな回折が観察されるだけで、図 2-(イ)のような結晶に由来するピークは観察されない。

この場合上記式を満足しない。

【0045】

広角 X 線回折にて結晶に由来する回折ピークが観察されることで、繊維が明らかに結晶化し、構造が固定されていることが分かる。

結晶に由来する回折像が観察されない場合は繊維は結晶化していない。

従って分子が固定されていないために、繊維が収縮して巻締まりが発生したり、繊維の物性が経時変化してしまい長期間にわたって安定して仮撚加工ができなかったりする。

$I_1/I_2$  の値は好ましくは 1.1 以上、更に好ましくは 1.2 以上である。

【0046】

(iii) 繊維の形態

本発明のポリエステル繊維は、マルチフィラメントが好ましい。

総繊度は限定はされないが、通常 5~400dtex、好ましくは 10~300dtex、単糸繊度は限定はされないが 0.1~20dtex、好ましくは 0.5~10dtex、更に好ましくは 1~5dtex である。

繊維の断面形状は、丸、三角、その他の多角形、扁平、L 型、W 型、十字型、井型、ドッグボーン型等、制限はなく、中実繊維であっても中空繊維であってもよい。

【0047】

(3) チーズ状パッケージ

本発明の繊維はチーズ状パッケージに巻かれていることが好ましい。

近年の仮撚加工工程の近代化・合理化に追随するには、パッケージのラージ化、即ち大量巻きの可能なチーズ状パッケージで巻かれていることが好ましい。

またチーズ状パッケージとすることで、仮撚加工時に糸を解舒する際、解舒張力の変動が小さくなり、安定した加工が可能となる。

(i) バルジ率

本発明の繊維が巻かれたチーズ状パッケージ

broad diffraction which on one hand, with Figure 2 - (jp2) derives in amorphous is not observed just is observed, as for peak which derives in the crystal like Figure 2 - (J2).

In case of this above Formula is not satisfied.

[0045]

By fact that diffraction peak which with wide angle x-ray diffraction derives in crystal is observed, fiber does crystallization clearly, structure is locked, understands.

When diffraction image which derives in crystal is not observed, fiber has not done crystallization.

Therefore because molecule is not locked, fiber contracting, the tightening occurs, property of fiber does and change over time stabilizing over long period, false-twisting is not possible.

Value of  $I_{1<sub>1</sub>}/I_{2<sub>2</sub>}$  preferably 1.1 or more, furthermore is preferably 1.2 or more.

[0046]

morphology of (iii) fiber

As for polyester fiber of this invention, multifilament is desirable.

As for total fineness as for limitation it is not done. Usually 5 - As for 400 dtex, preferably 10~300dtex, single fiber fineness as for limitation it is not done, but 0.1 - 20 dtex, preferably 0.5~10dtex, furthermore it is a preferably 1~5dtex.

As for cross section shape of fiber, there is not, restriction such as circle, and triangle, other polygonal shape, flat, L type, W type, cross shape, square, dogbone shape with center-filled fiber and is good with the hollow fiber.

[0047]

(3) cheese package

fiber of this invention is wound in cheese package, it is desirable.

It follows to modernization \*streamlining of false-twisting step of recent years, it is wound with possible cheese package of large conversion namely the large scale winding of package, it is desirable.

In addition when by fact that it makes cheese package, unwinding doing yarn at time of false-twisting, fluctuation of unwinding tension becomes small, processing which is stabilized becomes possible.

(i) bulge ratio

cheese package where fiber of this invention is wound bulge



はバルジ率が 20%以下であることが好ましい。

図 3-(イ)は糸が望ましい形状に巻かれたチーズ状パッケージ(100)を示す。

糸が糸管等の巻芯(103)上に平らな端面(102)を形成した円筒状糸層(104)に巻かれている。

【0048】

バルジは、図 3-(ロ)に示すように巻糸の収縮による締め付け力が強く働き、巻糸が滑った時に起こるチーズ状パッケージ(100)の膨らみのある端面(102a)である。

バルジ率とは、図 3-(イ)または図 3-(ロ)に示す最内層の巻幅 Q 及び、最も膨らんでいる部分の巻幅 R を測定して、下記式を用いて算出した値である。

$$\text{バルジ率} = \{(R-Q)/Q\} \times 100\%$$

チーズ状パッケージのバルジ率が 20%を越えるものは運搬時に巻糸が崩れ解舒できなくなったり、解舒張力の斑による糸切れ、毛羽、染色斑等が起こりやすい。

最悪の場合は端面が糸管よりも出っ張るために運搬することができなくなる。

また巻締まりが大きく、巻取機のスピンドルからはずれなくなる場合も多い。

好ましくはバルジ率は 16%以下であり、更に好ましくは 10%以下である。

もちろん 0%が最も好ましい。

【0049】

(ii)チーズ状パッケージ形状

工業的に製造する上では紡糸の際に糸管を交換する頻度を減らすことが作業効率の向上、コストダウンの観点より極めて重要である。

また、仮撚工程においては、チーズ状パッケージを使用した後、次のチーズ状パッケージにつなぎ込んで使用するが、このつなぎ込みの頻度を減らすことも作業効率の向上、コストダウンの観点から極めて重要である。

従って、該チーズ状パッケージには 2kg 以上の本発明の繊維が巻かれていることが好ましく、更に好ましくは 3kg 以上、一層好ましくは 5kg 以上である。

2kg 未満では糸管交換の頻度やつなぎ込みの頻度が高過ぎ、工業的に製造するのは困難とな

ratio is 20% or less, it is desirable.

Figure 3 - (J2) shows cheese package (100) which is wound in geometry where the yarn is desirable.

It is wound in cylinder thread layer (104) where yarn formed flat endface (102) on the yarn bobbin or other winding core (103).

[0048]

When as for bulge, as shown in Figure 3 - (jp2), clamping force worked strongly with contraction of volumen yarn, volumen yarn slid, it is a endface (102 a) which has swelling of cheese package (100) which happens.

bulge ratio, Figure 3 - (J2) or coil width Q of innermost layer which is shown in Figure 3 - (jp2) and, most measuring coil width R of portion which has expanded, is value which it calculated making use of below-mentioned formula.

$$\text{bulge ratio} = \{(R-Q)/Q\} \times 100\%$$

As for those where bulge ratio of cheese package exceeds 20% volumen yarn deteriorates when conveying and unwinding becomes impossible, yarn break, fluff, dye splotch etc is easy to happen with mottling of unwinding tension.

When it is worst, it conveys in order to protrude in comparison with yarn bobbin it becomes impossible endface.

In addition tightening is large, when it stops coming off from the spindle of winder, is many.

preferably bulge ratio with 16% or less, furthermore is preferably 10% or less.

0% is most desirable of course.

[0049]

(ii) cheese package geometry

When producing in industrially, frequency which exchanges yarn bobbin to case of yarn-spinning is decreased, quite it is more important than viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency.

In addition, after using cheese package regarding false twist step, it connects to following cheese package and it is packed and uses, but also quite it is important from viewpoint of improvement and cost reduction of operating efficiency to decrease frequency of this connection being packed.

Therefore, fiber of this invention of 2 kg or greater is wound in said cheese package, it is desirable, furthermore preferably 3kg or greater, it is a preferably 5kg or greater more.

Under 2 kg frequency of yarn bobbin exchange and frequency of the connection being packed to be too high, it becomes

ってしまう。

【0050】

また、高速で延伸仮撚を行う際は、糸管から繊維を解除する際の張力を下げるとともに、張力の変動を抑えることが好ましい。

PTT 繊維は PET 等に比べ摩擦係数が高いため、高速で糸管より繊維を解舒すると糸切れや毛羽の発生が発生しやすい。

また張力が変動しやすく、均一な仮撚加工糸を得ることが困難となる。

このためには、糸管上の繊維の巻幅 Q を 40~300mm とすることが好ましい。

巻幅が 300mm を越えると解除する際の張力が高くなるとともに、張力変動が大きくなってしまふ。

巻幅が 40mm 未満では張力は低くなるものの、解舒の際に巻糸の端部が崩れやすくなってしまふ。

巻幅は 60~200mm がより好ましく、70~150mm が更に好ましい。

糸管は直径が 50~250mm であることが好ましく、より好ましくは 80~150mm である。

本発明に用いる糸管はフェノール樹脂などの樹脂、金属、紙のいずれでできていても良い。

紙の場合は 5mm 以上の厚みであることが好ましい。

【0051】

#### (4)ポリエステル繊維の製造方法

次に本発明のポリエステル繊維およびチーズ状パッケージを得る方法を例示する。

本発明のポリエステル繊維は、基本的には、紡糸時のドラフトが 60~2000 となるようにして紡口より押出した熔融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変え、50~170 deg C で熱処理を行った後、0.02~0.20cN/dtex の巻取張力にて 2000~4000m/分の速度で巻き取ることにより得られる。

【0052】

以下に本発明の PTT 繊維の好ましい製造方法を図 4 及び図 5 を用いて詳述する。

difficult to produce in industrially .

[0050]

In addition, case where drawing false twist is done with high speed , when cancelling fiber from yarn bobbin , as tension is lowered, fluctuation of tension is held down, it is desirable .

Because coefficient of friction is high in comparison with PET etc, when with high speed fiber unwinding is done from yarn bobbin , occurrence of yarn break and fluff is easy to occur PTT fiber .

In addition tension becomes easy to fluctuate, uniform false-twist yarn is obtained, with difficult.

For this , coil width Q of fiber on yarn bobbin is designated as 40- 300 mm , it is desirable .

When coil width exceeds 300 mm , when cancelling, as tension becomes high, tension variation becomes large.

coil width under 40 mm as for tension low, end of the volume yarn becomes easy to deteriorate case of unwinding .

coil width 60 - 200 mm is more desirable, 70 - 150 mm furthermore are desirable.

yarn bobbin diameter is 50 - 250 mm , it is desirable , it is more preferably 80~150mm .

yarn bobbin which is used for this invention is good being possible with whichever of phenolic resin or other resin , metal , paper .

In case of paper it is a thickness of 5 mm or greater , it is desirable.

[0051]

manufacturing method of (4) polyester fiber

Next polyester fiber of this invention and method which obtains cheese package are illustrated do.

extrusion it is from spinneret that draft at time of yarn-spinning becomes with 60 - 2000 quench doing dissolving multifilament , it changes polyester fiber of this invention , into solid multifilament in basic , after doing heat treatment with 50 - 170 deg C, it is acquired by with winding tension of 0.02 - 0.20 cN/d tex retracting with velocity of 2000 - 4000 m/min .

[0052]

manufacturing method where PTT fiber of this invention is desirable below is detailed making use of Figure 4 and Figure 5 .

1)まず、乾燥機 1 で 100ppm 以下の水分率まで乾燥された PTT ペレットを 250~290 deg C に設定された押出機 2 に供給し熔融する。

熔融 PTT は 250~290 deg C に設定されたスピンヘッド 4 に送液され、ギヤポンプで計量される。

その後紡口パック 5 に装着された複数の孔を有する紡糸口金 6 を経て熔融マルチフィラメントとして紡糸チャンバー 14 内に押出される。

押出機に供給する PTT ペレットの水分率は、ポリマーの重合度低下を抑制するという観点から 50ppm 以下が好ましく、更に好ましくは 30ppm 以下である。

押出機およびスピンヘッドの温度は、PTT ペレットの極限粘度や形状によって上記範囲内より最適なものを選ぶ必要があるが、好ましくは 255~280 deg C の範囲である。

紡糸温度が 250 deg C 未満では、糸切れや毛羽が多発したり、糸径むらが発生したりしてしまう。

また、紡糸温度が 290 deg C を越えると熱分解が激しくなり、得られた糸は着色し、また満足し得る強度を示さなくなる。

#### [0053]

2)紡糸時のドラフトは 60~2000 の範囲とする必要がある。

ここで紡糸ドラフトとは、下記の式で表される値である。

$$\text{紡糸ドラフト} = V_2/V_1$$

ただし、 $V_1$  : 紡口から押し出される際のポリマーの線速度(m/分)

$V_2$  : 第一ロール速度(m/分)(第一ロールを使用しない場合は、巻取り速度)

紡口より押し出された熔融マルチフィラメントは、急冷して固体マルチフィラメントに変えられるまでの間に延伸される。

PTT は PET 等に比べ熔融粘度が低く、かつ  $T_g$  が低いために熔融マルチフィラメント状態の時間が長く、延伸されるゾーンも長い。

このため高速で巻き取る POY のように空気抵抗が大きく、かつ変動する場合は、不均一に延伸されやすい。

#### [0054]

1) First, with dryer 1 it supplies PTTpellet which is dried to the extruder 2 which is set to 250 - 290 deg C to water content of 100 ppm or less and melts.

Dissolving PTT liquid transport makes spin head 4 which is set to 250 -290 deg C, weighing is done with gear pump .

After that passing by spinneret 6 which possesses hole of plural which is mounted in spinneret pack 5 extrusion it makes inside yarn-spinning chamber 14 asdissolving multifilament .

As for moisture content of PTTpellet which is supplied to extruder , 50 ppm or less are desirable from viewpoint that, controls degree of polymerization decrease of the polymer , furthermore it is a preferably 30ppm or less .

temperature of extruder and spin head with intrinsic viscosity and geometry of PTTpellet has necessity to choose optimum ones from insideabove-mentioned range, but it is a range of preferably 255~280 deg C.

spinning temperature occurs frequently under 250 deg C, yarn break and fluff ,yarn diameter unevenness occurs.

In addition, when spinning temperature exceeds 290 deg C, it colors yarn where thermal decomposition becomes extreme, acquires, it stops showing strength which in addition it can be satisfied.

#### [0053]

2) As for draft at time of yarn-spinning it is necessary to make range 60 - 2000.

spinning draw is value which is displayed with below-mentioned formula here.

$$\text{spinning draw} = V_{2} / V_{1}$$

However, case where it is pushed out from  $V_1$  : spinneret linear velocity of polymer (m/min )

$V_2$  : first roll velocity (m/min ) (When first roll is not used, windup speed )

Dissolving multifilament which was pushed out from spinneret , quench doing, until it is changed into solid multifilament , is drawn between.

As for PTT melt viscosity is low in comparison with PET etc,time of dissolving multifilament state is long because at same time the  $T_g$  is low, also zone which is drawn is long.

Because of this like POY which is retracted with high speed air resistance is large, browning it moves, \* when, is easy to be drawn in nonuniform .

#### [0054]

従って、押し出してから固化するまでの延伸倍率を示す紡糸ドラフトは U%や伸度等の物性ムラを小さくするために非常に重要であり、上記範囲の紡糸ドラフトとすることで初めて本発明の範囲内の U%の PTT-POY を製造することが可能となる。

紡糸ドラフトが 2000 を越えると、U%や伸度等の物性ムラが大きくなりすぎ、高速での延伸仮撚時に毛羽や糸切れが発生してしまう。

一方紡糸ドラフトが 60 未満では、紡口径が小さくなりすぎるために押出圧力が高くなり、メルトフラクチャーが発生して U%や伸度等の物性ムラが大きくなったり、巻取り速度が遅すぎるために配向度や伸度が本発明の PTT-POY の範囲より外れてしまったりする。

このため高速での延伸仮撚時に毛羽や糸切れが発生してしまう。

紡糸ドラフトは 100~1500 が好ましく、150~1000 が更に好ましい。

【0055】

更に、紡口直下に設けた 30~200 deg C の雰囲気温度に保持した長さ 2~80cm の保温領域 7 を通過させて急激な冷却を抑制した後、この溶融マルチフィラメントを急冷して固体マルチフィラメントに変えることが好ましい。

この保温領域 7 を通過させることで固化ムラを抑制し、高い巻取速度あるいは第 1 ロール速度まで固化ムラ(太さムラ、配向度ムラや伸度ムラ)無く、溶融マルチフィラメントを固体マルチフィラメントに変えることができる。

保温領域の温度が 30 deg C 未満では急冷となり固体マルチフィラメントの固化むらが大きくなる。

また、200 deg C を越えると糸切れが起こりやすくなる。

このような保温領域の温度は 40~180 deg C が好ましく、更に好ましくは 50~150 deg C である。

また、この保温領域の長さは 5~30cm が更に好ましい。

【0056】

3)次に固体マルチフィラメントは熱処理を受けるが、熱処理を受ける前に、仕上げ剤付与装置 10 によって仕上げ剤を付与されることが好ましい、

Therefore, after extrusion doing, until solidification it does, as for the spinning draw which shows draw ratio being very important in order to make the U% and elongation or other property unevenness small, PTT-POY of U% inside range of the this invention it produces it becomes possible for first time byfact that it makes spinning draw of above-mentioned range.

When spinning draw exceeds 2000, U% and elongation or other property unevenness become too large, fluff and yarn break occur at time of drawing false twist with high speed .

On one hand, spinning draw draft under 60, extrusion pressure becomes high or, melt fracture occurring, U% and elongation or other property unevenness large because spinneret diameterbecomes too small, degree of orientation and elongation come off from range of PTT-POY of this invention because windup speed is too slow.

Because of this fluff and yarn break occur at time of the drawing false twist with high speed .

spinning draw 100 - 1500 is desirable, 150 - 1000 furthermore isdesirable.

【0055】

Furthermore, passing temperature-holding region 7 of length 2~80cm which is kept in atmospheric temperature of 30 - 200 deg C which are provided in spinneret directly below , after controlling sudden cooling, quench doing this dissolving multifilament , it changesinto solid multifilament , it is desirable .

solidification unevenness is controled by fact that this temperature-holding region 7 is passed, thedissolving multifilament is changed into solid multifilament , high windup speed or the solidification unevenness (thickness unevenness , degree of orientation unevenness and elongation unevenness ) without to 1 st roll velocity , it is possible .

temperature of temperature-holding region under 30 deg C becomes quench and solidification unevenness of solid multifilament becomes large.

In addition, when it exceeds 200 deg C, yarn break becomes easy to happen.

temperature of temperature-holding region a this way 40 - 180 deg C is desirable, furthermore it is a preferably 50~150 deg C.

In addition, length of this temperature-holding region 5 - 30 cm furthermore isdesirable.

【0056】

3) solid multifilament receives heat treatment next, but before receiving heat treatment ,finishing agent is granted with finishing agent applicator 10 is desirable.

い。

仕上げ剤を付与することにより、繊維の集束性、制電性、滑り性などが良好となり、巻取時や仮撚加工時に毛羽や糸切れが発生することを抑制したり、巻き取ったチーズ状パッケージのフォームを良好に保つことが容易となる。

ここで仕上げ剤とは乳化剤を用いて油剤を乳化した水エマルジョン液、油剤を溶剤に溶かした溶液、あるいは油剤そのものであり、繊維の集束性、制電性、滑り性などを向上させるものである。

ここで油剤とは、脂肪族エステル、鉱物油、分子量 1000~20000 のポリエーテルの 1 種類以上を含み、これらの和が 40~90 重量%である混合物が好ましく、必要に応じて成分を選択することが好ましい。

【0057】

本発明において、油剤は濃度 1~20 重量%の水エマルジョン液として繊維に付与することが好ましい。

水エマルジョン液とすることで油剤の付着ムラを抑制したり、巻糸のフォームを良好にすることが容易となる。

水エマルジョン液の濃度は 2~10 重量%がより好ましく、3~7 重量%が特に好ましい。

濃度が 1 重量%未満では、加熱された第 1 ロールで揮発する水の量が多すぎるので、揮発熱のために繊維を均一に所定の温度にすることが困難となる。

この結果、熱処理むらが起こり、染め斑等が発生してしまう。

濃度が 20 重量%を越えると、仕上げ剤の粘度が高く、しかも一定量の油剤を繊維に付着させようとしたときに仕上げ剤の量が少なくなるため、繊維に均一に油剤を付与しにくくなる。

【0058】

油剤は繊維の重量に対して 0.2~3 重量%付着させることが好ましい。

0.2 重量%未満では、油剤の効果が小さく、静電気により糸がばらけたり、摩擦により糸切れや毛羽が発生したりする。

また 3 重量%を越えると、繊維の走行時の抵抗が大きくなりすぎたり、油剤がロール、熱板、ガイド等に付着してこれらを汚したりする。

bundling behavior, antistatic, lubricity etc of fiber becomes satisfactory by granting finishing agent, form of cheese package which at time of winding and fluff and yarn break occur control at time of false-twisting, retractis maintained satisfactorily, it becomes easy.

With solution, or finish itself which melted aqueous emulsion liquid, finish which emulsifies finish finishing agent making use of emulsifier in solvent, bundling behavior, antistatic, lubricity etc of fiber it is something which improves here.

finish, including 1 kind or more of polyether of aliphatic ester, mineral oil, molecular weight 1000~20000, blend where these sum totals are 40 - 90 weight % is desirable here, selects according to need component is desirable.

[0057]

Regarding to this invention, as for finish it grants to fiber as the aqueous emulsion liquid of concentration 1~20weight % it is desirable.

deposition variation of finish is controled by fact that it makes the aqueous emulsion liquid, form of volumen yarn is made satisfactory, it becomes easy.

concentration of aqueous emulsion liquid 2 - 10 weight % is more desirable, 3 - 7 weight % especially are desirable.

Because concentration under 1 weight %, quantity of water which the volatilization is done is many with 1 st roll which is heated, because of volatilization heat fiber in uniform is designated as predetermined temperature, it becomes difficult.

this result, heat treatment unevenness happens, dye splotch etc occurs.

When concentration exceeds 20 weight %, viscosity of finishing agent becomes high, furthermore finish of constant amount depositing in fiber, waywhen doing, because quantity of finishing agent decreases, difficult to grant finish to uniform in fiber.

[0058]

As for finish 0.2 - 3 wt% it deposits vis-a-vis weight of the fiber it is desirable.

0.2 Under wt%, effect of finish is small, yarn rose\* is enough with static electricity, yarn break and fluff occur due to friction.

In addition when it exceeds 3 wt%, resistance when running of the fiber becoming too large, finish depositing in roll, hot plate, guide, etc these are polluted.

仮撚加工に用いるには、0.25~1.0 重量%が好ましく、特に好ましくは 0.3~0.7 重量%である。

もちろん油剤の一部が繊維内部に浸透していてもよい。

【0059】

仕上げ剤を付与する方法としては公知のオリングロールを用いる方法や例えば特開昭 59-116404 号公報などに開示されるガイドノズルを用いる方法を用いることができるが、仕上げ剤付与装置自体の摩擦による糸切れ、毛羽の発生を抑制するためにはガイドノズルを用いる方法が好ましい。

仕上げ剤を繊維に付与する位置は、チャンバー 14 内、繊維を熱処理するゾーン 15 内で第 1 ロール 11 の前、およびこれらのゾーンの間のいずれの場所でもよいが、溶融マルチフィラメントが冷却風 9 によって室温まで冷却されて固体マルチフィラメント 8 に変えられた直後で最も紡口口金に近い位置が好ましい。

繊維は仕上げ剤を付与すると同時に集束されるので、この位置が紡口口金に近いほど空気抵抗を下げることができ、糸切れ、毛羽の発生を抑えることができるからである。

【0060】

4) また巻取後の繊維には 0.5~5 重量%の水分が含まれていることが好ましい。

この水分は仕上げ剤に含まれる水より繊維に含ませるか、あるいは巻取以前に、仕上げ剤を付与するのと同様なガイドノズルを用いる方法などを用いて、仕上げ剤とは別に付与してもかまわない。

繊維に含まれる水の量は 0.7~4 重量%が更に好ましく、1~3 重量%が特に好ましい。

水分率がこの範囲にあることにより、巻取パッケージ端面の綾落ちの発生や、バルジの発生のない良好なフォームのパッケージを得ることが容易となる。

【0061】

5) 次に固体マルチフィラメント 8 は繊維を熱処理するゾーン 15 にて、第 1 ロール 11 などで熱処理を受ける。

ここで 12 は自己駆動しないフリーロールである。

本発明のポリエステル繊維はロール等を用いずに、ヒーターなどで熱処理を行った後に直接巻

To use for false-twisting, 0.25 - 1.0 weight % are desirable, it is a particularly preferably 0.3~0.7 weight %.

Portion of finish has been allowed to have permeated to fiber interior of course.

[0059]

method which uses guide nozzle which is disclosed in method and the for example Japan Unexamined Patent Publication Showa 59-116404 disclosure etc which use oiling roll of public knowledge as method which grants finishing agent can be used, but in order to control occurrence of the yarn break, fluff in friction of finishing agent applicator itself, method which uses guide nozzle is desirable.

location which grants finishing agent to fiber, inside chamber 14, inside zone 15 which heat treatment does fiber is good any site of 1 st roll 11 ago, and between these zone, but dissolving multifilament being the cooling air 9, being cooled to room temperature, immediately after being changed into solid multifilament 8, location which is closest to spinneret is desirable.

Because fiber when finishing agent is granted, because converging it is done simultaneously, extent air resistance where this location is close to the spinneret is lowered, it to be possible, occurrence of yarn break, fluff is held down, is possible.

[0060]

4) In addition water of 0.5 - 5 weight % is included in fiber after winding, it is desirable.

That this water from water which is included in finishing agent makes the fiber include, or before winding, grants finishing agent granting separately from finishing agent making use of method etc which uses the similar guide nozzle, you are not concerned.

Quantity of water which is included in fiber 0.7 - 4 weight % furthermore is desirable, 1 - 3 wt% especially are desirable.

package of satisfactory form which does not have occurrence of yarn slippage of winding package endface and occurrence of bulge due to fact that water content is a this range, is obtained, it becomes easy.

[0061]

5) Next solid multifilament 8 with zone 15 which heat treatment does fiber, receives heat treatment with such as 1 st roll 11.

12 self is free roll which is not driven here.

As for polyester fiber of this invention without using roll etc, after doing heat treatment with such as heater, it is good

取機にて巻き取っても良いが、好ましくは回転しているロールに一度巻き付けた後に、巻取機で巻き取ることが好ましい。

ロールと巻取機の速度を調節することで巻き取り張力を制御することが容易になるからである。

【0062】

繊維の熱処理方法としては図4の第1ロール11のみを用いる方法の他に、図5-(イ)の第1ロール11又は/及び第2ロール16により加熱する方法、図5-(ロ)の第1ネルソンロール17から第2ネルソンロール18のうちいずれか一つあるいは複数のロールで加熱する方法、図5-(ハ)の第1ヒーター19又は/及び第2ヒーター20により加熱する方法、図5-(ニ)の第1ヒーター19により加熱する方法などが挙げられる。

図5-(ハ)、(ニ)の場合は、ヒーターでの熱処理に加えてロールで熱処理を行っても良い。

【0063】

加熱に用いるヒーターとしては、接触式のヒーター、非接触式のヒーターいずれを用いてもかまわない。

また、加熱気体を用いる方法でも良い。

これらのうち、加熱ロールを用いる方法が、上記のロールと巻取機の速度調整と熱処理を同時に行うことができることより最も好ましい。

本発明において、ロールで加熱するとは、自己駆動しているロールで加熱し、フリーロールでは加熱していないことを示しているが、もちろんフリーロールで加熱を行ってもかまわない。

【0064】

熱処理の温度は50~170 deg Cであることが必要である。

50 deg C未満では繊維を十分な結晶化度まで高めることができないために、巻締まりが起きたり、物性が経時変化するために工業的に仮撚加工ができなかったりする。

また、170 deg Cを越えると紡糸時に糸切れや毛羽が発生したり、結晶化が進みすぎて繊維-繊維間の静摩擦係数が小さくなってバルジ率が大きくなったり、仮撚加工が困難になったりする。

熱処理の温度は、好ましくは60~150 deg C、更

retracting directly with the winder, but preferably after one time winding around roll which is turning, it retracts with winder, it is desirable.

Because by fact that velocity of roll and winder is adjusted windup tension is controlled becomes easy.

【0062】

Method of heating to other than method which uses only 1 st roll 11 of Figure 4 as thermal processing method of fiber, with 1 st roll 11 and/or 2nd roll 16 of Figure 5 - (J2). Method from 1 st Nelson roll 17 of Figure 5 - (jp2) of heating with inside any one of 2 nd Nelson roll 18 or roll of plural. Method of heating with 1 st heater 19 and/or second heater 20 of Figure 5 - (jp3). You can list method etc which is heated with 1 st heater 19 of Figure 5 - (jp4).

Figure 5 - (jp3), in case of (jp4), it is good doing heat treatment with the heater with roll in addition to heat treatment.

【0063】

Making use of heater, noncontacting heater which of contact type you are not concerned as the heater which is used for heating.

In addition, it is good even with method which uses heated gas.

It is more desirable than among these, method which uses heated roll, doing above-mentioned roll and velocity adjustment and heat treatment of winder simultaneously and being possible.

Regarding to this invention, it heats with roll, self with the roll which has been driven to heat, with free roll it has not heated, it has shown, but heating of course you are not concerned, with free roll.

【0064】

temperature of heat treatment is 50 - 170 deg C, it is necessary.

Because under 50 deg C raises fiber to sufficient degree of crystallization and is not possible, tightening does not occur, property in order the change over time to do cannot designate false-twisting as industrially.

In addition, when it exceeds 170 deg C, yarn break and fluff occur at time of yarn-spinning, crystallization advancing too much, static coefficient of friction between fiber - fiber becoming small, bulge ratio becomes large, false-twisting becomes difficult.

temperature of heat treatment preferably 60~150 deg C,

に好ましくは 80~130 deg C である。

【0065】

また、熱処理時間は 0.001~0.1 秒であることが好ましい。

ここで言う熱処理時間とは、複数のロールやヒーターで熱処理する場合は、これらの合計時間である。

加熱時間が 0.001 秒未満では熱処理時間が短く十分な結晶化を進めることができないため、巻締まりやバルジが発生しやすく、また経時変化もしやすい。

一方、加熱時間が 0.1 秒を越えると、結晶化が進みすぎ、繊維-繊維間の静摩擦係数が小さくなりすぎてしまい、得られるチーズ状パッケージはバルジの大きいものとなってしまう。

本発明においては、熱処理温度が高くなっても、熱処理時間が長くなっても、また巻取速度が大きくなっても結晶化度は高くなる。

このため熱処理温度、巻取速度に応じた熱処理時間を選ぶことがより好ましい。

【0066】

6) 熱処理を受けたマルチフィラメントは、巻取機 13 を用いて巻き取られる。

巻取速度は 2000~4000m/分であることが必要である。

巻取速度が 2000m/分未満では、繊維の配向が低いために、物性が経時変化したり、熱処理を強化しても繊維が脆くなったりし、繊維の取扱や仮燃加工が困難となる。

また、4000m/分を越えると、繊維の配向や結晶化が進みすぎ、また巻取時の張力が下げられないために、糸管上で繊維が大きく収縮し、巻締まりが発生してしまう。

好ましくは、2200~3800m/分であり、更に好ましくは 2500~3600m/分である。

本発明においては、巻き取る時の張力が 0.02~0.20cN/dtex であることが必要である。

【0067】

従来行われてきた PET やナイロンの熔融紡糸でこのように低い張力で巻き取ろうとすると、糸の走行が安定せず、糸が巻取機のトラバースから外れたりして糸切れが発生したり、巻糸を次の糸管に自動で切り替える時に切替ミスが発生

furthermore is preferably 80~130 deg C.

[0065]

In addition, heat treatment time is 0.001 - 0.1 second, it is desirable.

heat treatment time referred to here, when heat treatment it does with roll and heater of plural, is these total time.

Because heating time under 0.001 second heat treatment time advances sufficient crystallization shortly and is not possible, tightening and bulge are easy to occur, in addition change over time are easy.

On one hand, when heating time exceeds 0.1 second, crystallization advances too much, static coefficient of friction between fiber - fiber becomes too small, cheese package which is acquired becomes something where bulge is large.

Regarding to this invention, heat treatment temperature becoming high even when, heat treatment time long becoming even when, in addition windup speed becoming large the degree of crystallization becomes high.

Because of this heat treatment time which responds to heat treatment temperature, windup speed is chosen, it is more desirable.

[0066]

6) multifilament which receives heat treatment is retracted making use of the winder 13.

windup speed is 2000 - 4000 m/min, it is necessary.

windup speed does under 2000 m/min, because orientation of fiber is low, property change over time, strengthening heat treatment, fiber becomes brittle, handling and false-twisting of fiber become difficult.

In addition, when it exceeds 4000 m/min, orientation and crystallization of fiber advance too much, because in addition it cannot lower the tension at time of winding, fiber contracts largely on the yarn bobbin, tightening occurs.

With preferably, 2200~3800m/min, furthermore it is a preferably 2500~3600m/min.

Regarding to this invention, when retracting, tension is 0.02 - 0.20 cN/d tex, it is necessary.

[0067]

With melt spinning of PET and nylon which are done until recently this way when it winds with low tension and makes the taking wax, running of yarn does not stabilize, yarn comes off from traverse of winder and/or yarn break occurs, when the volume yarn changing to following yarn bobbin



したりする。

しかしながら、驚くべきことに PTT 繊維では本発明のように極低い張力で巻き取ってもこのような問題が発生せず、しかも低い張力とすることで初めて巻締まりなく良好な巻姿のチーズ状パッケージを得ることができる。

このように低い張力でも安定して巻き取りができるのは PTT 繊維の特徴である低弾性率と高弾性回復率に起因していると考えられる。

【0068】

張力が 0.02cN/dtex 未満では張力が弱すぎるために巻取機の綾振りガイドでの綾振りが良好にできず、巻フォームが悪くなってしまう、トラバースより糸が外れ、糸切れが起こったりしてしまう。

また、0.20cN/dtex を越えると、たとえ繊維を熱処理して巻き取ったとしても巻締まりが発生してしまう。

巻き取る時の張力は好ましくは 0.025~0.15cN/dtex、更に好ましくは 0.03~0.10cN/dtex である。

巻取機の前にロールを設置する際のロールの周速度は巻取張力が上記の範囲内になるように調整することが好ましい。

このロール速度は通常巻取速度に対して 0.80~1.1 倍の速度であることが好ましい。

【0069】

本発明では、紡糸過程で必要に応じて、交絡処理を行ってもよい。

交絡処理は、仕上げ剤付与前、熱処理前、巻取前のいずれか、あるいは複数の場所で行っても良い。

本発明に用いる巻取機としては、スピンドル駆動方式、タッチロール駆動方式、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式のいずれの巻取機でもかまわないが、スピンドルとタッチロールの双方が駆動している方式の巻取機が糸を多量に巻き取るためには好ましい。

【0070】

タッチロールあるいはスピンドルのどちらか一方のみが駆動する場合、他方は駆動軸からの摩擦により回転するため、スピンドルに取り付けられている糸管とタッチロールでは滑りにより表面速度が異なってしまう。

with automatic, the changeover miss occurs.

But, in surprising fact with PTT fiber like this invention extremely retracting with low tension, it can acquire cheese package of satisfactory fluff by fact that it makes tension where problem a this way does not occur, furthermore is low without tightening for first time.

this way stabilizing even with low tension, what winding is possible is thought that it has originated in low elastic modulus and high elastic recovery ratio which are a feature of PTT fiber.

【0068】

tension under 0.02 cN/d tex tension weakness traversing with traversing guide of winder volumen form becomes bad in order to pass with assatisfactory, traverse twist yarn comes off, yarn break happens.

In addition, when it exceeds 0.20 cN/d tex, heat treatment doing fiber even if, assuming, that it retracted, tightening occurs.

When retracting, tension preferably 0.025~0.1 5cN/d tex, furthermore is preferably 0.03~0.1 0cN/d tex.

When installing roll before winder, in order for winding tension to be inside above-mentioned range, adjusts perimeter velocity of roll is desirable.

this roll velocity is velocity of 0.80 - 1.1 times usually vis-a-vis the windup speed, it is desirable.

【0069】

With this invention, it is possible to do according to need, entanglement process with yarn-spinning process.

entanglement process, is good doing with any, before finishing agent granting and before before heat treatment, winding or site of plural.

You are not concerned any winder of system which both parties of the spindle drive system, touch roll driving system, spindle and touch roll have driven as winder which is used for the this invention. In order for winder of system which both parties of spindle and touch roll have driven to retract yarn in large amount, it is desirable.

【0070】

When either one of touch roll or spindle only one side it drives, as for other because it is turning due to friction from the drive shaft, with yarn bobbin and touch roll which are installed in spindle surface velocity differs depending upon slip.

このためタッチロールからスピンドルに糸が巻き付けられる際、糸が伸ばされたり、ゆるんだりしてしまい張力が変わって巻姿が悪化してしまったり、糸がこすられてダメージを受けたりしやすい。

スピンドルとタッチロールの双方が駆動することによりタッチロールと糸管の表面速度の差を制御することが可能となつて滑りを減らすことができ、糸の品質や、巻姿を良好にすることができる。

#### 【0071】

繊維を巻き取る際の綾角は  $3.5\sim 8^\circ$  であることが好ましい。

綾角が  $3.5^\circ$  未満では糸同士があまり交差していないために滑りやすく、綾落ちやバルジの発生が起こりやすい。

また  $8^\circ$  を越えると、糸管の端部に巻かれる糸の量が多くなるために中央部に比べ端部の径が大きくなる。

このため巻き取っている際は端部のみがタッチロールに接触してしまい糸品質が悪化してしまったり、また巻き取った糸を解舒する際の張力変動が大きくなり、毛羽や糸切れが多発したりしてしまう。

綾角は  $4\sim 7^\circ$  が更に好ましく、特に好ましいのは  $5\sim 6.5^\circ$  である。

#### 【0072】

7)本発明の PTT-POY は、延伸仮撚加工を行うことにより非常にソフトで良好な弾性回復性、およびその持続性を有した仮撚加工糸とすることができる。

仮撚加工糸は伸縮伸長率が  $150\sim 300\%$ 、けん縮数が  $4\sim 30/\text{cm}$ 、スナール数が  $0\sim 3$  個/cm であることが好ましい。

このような範囲の伸縮伸長率、けん縮数、スナール数とすることで PTT の特徴であるソフトさと弾性回復性に優れ、織編等の工程通過性が良好で、表面性の良好な布帛を得ることができる仮撚加工糸にできる。

#### 【0073】

伸縮伸長率が  $150\%$  未満であつたり、けん縮数が  $4$  個/cm 未満であつたりすると、ソフトさや弾性回復性の劣った加工糸となつたり、バルキー性が不足し、膨らみ感の不足したフィラメントタッチ

Because of this occasion where yarn from touch roll it can wind around spindle , yarn to be extended, to become loose and tension changing and fluff deteriorating, yarn being rubbed, it is easy to receive damage .

Difference of surface velocity of touch roll and yarn bobbin is controlled due to fact that both parties of spindle and touch roll drive becoming possible, slip is decreased, it is possible , can make quality and fluff of yarn satisfactory.

#### 【0071】

Case where fiber is retracted intersecting angle is  $3.5 - 8$  deg, it is undesirable .

intersecting angle under  $3.5$  deg slip is easy because yarn has not crossed excessively, occurrence of yarn slippage and bulge is easy to happen.

In addition when it exceeds  $8$  deg, diameter of end becomes large because quantity of yarn which is wound in end of the yarn bobbin becomes many in comparison with central portion .

Because of this case where it has retracted only end contacts touch roll and when unwinding doing yarn where yarn quality deteriorates, in addition retracts, tension variation becomes large, fluff and yarn break occur frequently.

Fact that intersecting angle  $4 - 7$  deg furthermore is desirable, especially is desirable is  $5 - 6.5$  deg.

#### 【0072】

7) As very it can designate PTT-POY of this invention , satisfactory elastic recovery , and false-twist yarn which possesses its retention with software by doing drawing false-twisting .

As for false-twist yarn extension and retraction elongation  $150 - 300\%$ , crimp number quantity of  $4 - 30 / \text{cm}$  , snarl is  $0 - 3 / \text{cm}$  , it is desirable .

It is superior in softness and elastic recovery which are a feature of the PTT by fact that it makes quantity of extension and retraction elongation , crimp number , snarl of range a this way, process passing of woven compilation or other is satisfactory, it can make false-twist yarn which can acquire satisfactory cloth of the surface property .

#### 【0073】

extension and retraction elongation under  $150\%$ , crimp number is under  $4 / \text{cm}$  , \* with, it becomes processed yarn where softness and elastic recovery are inferior, bulkiness becomes insufficient, becomes processed yarn of filament

の加工系となったりしてしまう。

一方、伸縮伸長率が 300%を越えたり、けん縮数が 30 個/cmを越えたりすると織編等の工程通過性が悪化したり、得られる布帛はがさつき感、ふかつき感が大きくなり、PTT の持つソフトな風合いを十分に活かした布帛ではなくなってしまう。

より好ましくは伸縮伸長率、けん縮数はそれぞれ 180~250%、8~25 個/cmである。

また、スナール数が 3 個/cmを越えると、仮撚加工系を巻き取られた状態より解舒する際にスナールしている部分同士が絡んで解舒張力が過大になり、極端な場合は糸が切れて解舒不能になる。

あるいは、糸切れしないまでも解舒張力の変動が大きくなって製織編性が低下する。

スナール数は 0~2 個/cm がより好ましく、もちろん 0 個/cm が最も好ましい。

【0074】

本発明の仮撚加工系は、用いる PTT-POY と同様に、平均粒径 0.01~2  $\mu$ m の酸化チタンを 0.01~3 重量%含有し、且つ酸化チタン粒子が集まった凝集体であって、その最長部長さが 5  $\mu$ m を越える凝集体が 12 個/mg 繊維以下である必要がある。

このことにより、工業的に安定して仮撚加工系を得ることができるばかりではなく、工業的に安定して織編成することが可能となる。

このような仮撚加工系は本発明の PTT-POY 及びチーズ状パッケージを用いることで得ることができる。

特定量の凝集していない酸化チタンを含有し、繊維の U%や伸度ムラ等の物性ムラが小さく、チーズ状パッケージからの解舒張力が低くかつ張力ムラが小さいために、適正なドロー比、ディスク速度/糸速度の比が選定できるからである。

【0075】

延伸仮撚加工の方法としては、一般に用いられているピンタイプ、フリクションタイプ、ニップベルトタイプ、エアー加撚タイプ等いかなる方法でも良いが、加工速度を高くできるフリクションタイプやニップベルトタイプが好ましい。

加工速度は生産性より考えると、400m/分以上が好ましく、500m/分以上が更に好ましい。

touch where bulky feel becomes insufficient.

On one hand, when extension and retraction elongation exceeds 300%, crimp number exceeds 30 /cm ,cloth where process passing of woven compilation or other deteriorates, is acquired Satsuki impression, puffy feel becomes large, stops being cloth which utilizes soft texture which PTT has to satisfactory .

more preferably extension and retraction elongation , crimp number is 180 - 250%, 8 - 25 /cm respectively.

In addition, when quantity of snarl exceeds 3 /cm , when the unwinding doing from state which is retracted false-twist yarn , portion which snarl has been done being entwined, unwinding tension becomes the excessive , in extreme case yarn being cut off, becomes unwinding impossible.

Or, until yarn break it does not do, fluctuation of unwinding tension becoming large, knitting and weaving characteristic decreases.

Quantity of snarl 0 - 2 /cm is more desirable, 0 /cm are most desirable of course.

【0074】

false-twist yarn of this invention , in same way as PTT-POY which is used, 0.01 - 3 wt% contains titanium dioxide of average particle diameter 0.01~2  $\mu$ m , with the agglomerate where at same time titanium dioxide particle gets together, longest section length it is necessary for agglomerate which exceeds 5  $\mu$ m to be 12 /m g fiber or less.

Because of this, stabilizing in industrially , it keeps being able to acquire false-twist yarn , it stabilizes in industrially and weaving and knitting does it becomes possible.

It can acquire false-twist yarn a this way by PTT-POY of this invention and the fact that cheese package is used.

To contain titanium dioxide where certain amount has not cohered, U% and elongation unevenness or other property unevenness of fiber to be small, because unwinding tension from cheese package to be low and because tension unevenness is small, can select ratio of the proper draw ratio , disk velocity /yarn speed .

【0075】

As method of drawing false-twisting , it is good any method such as pin type , friction type , nip belt type , air added twist type which is used generally, but friction type and nip belt type which can make fabrication speed high are desirable.

As for fabrication speed when productivity compared to you think, 400 m/min or higher are desirable, 500 m/min or higher are desirable.

加工条件は特に限定されるものではなく、以下に例示する公知の条件範囲より適宜選択して行うことができる。

仮燃加工系は製織編等をして布帛として使用されるが、製織編性等を高めるために、仮燃系を巻き取るまでに再度油剤を付着させることが好ましい。

この油剤は、紡糸時に付着させる油剤と混ぜて繊維に付着していても良い。

この場合、仮燃加工系に付着している油剤は、紡糸時に付着させる油剤と仮燃加工時に付着させる油剤を足した量となる。

#### 【0076】

ここで用いる油剤としては、分子量 300~800 の脂肪族エステル及び/又は 30 deg C におけるレッドウッド粘度が 20~100 秒の鉱物油を 70~100 重量%含むことが好ましい。

脂肪族エステルの分子量が 300 未満あるいは鉱物油のレッドウッド粘度が 20 秒未満では粘性が低すぎるため、製織編性を高めることができない。

一方、脂肪族エステルの分子量が 800 を越えるかあるいは鉱物油のレッドウッド粘度が 100 秒を越えると粘性が高すぎるために製織編時に毛羽や糸切れが発生しやすくなったり、製織編機器が汚れたりしやすい。

分子量 400~700 の脂肪族エステル及び/又は 30 deg C におけるレッドウッド粘度が 30~80 秒の鉱物油を含むことがより好ましい。

このような脂肪族エステル及び/又は鉱物油の油剤中含有率が 70 重量%未満では、滑り性や耐汚れ性が悪化してしまふ。

含有率は、より好ましくは 90~99.5 重量%である。

製織編性を高めるためには、このような油剤を仮燃加工系に対して 0.5~5 重量%付着していることが好ましく、1~3 重量%付着していることがより好ましい。

#### 【0077】

furthermore are desirable.

fabrication condition it is not something which especially is limited, it illustrates below from range of conditions of public knowledge which is done appropriately selecting, it does, it is possible.

false-twist yarn doing knitting and weaving, etc is used as cloth, but until in order to raise knitting and weaving characteristic etc, false twist yarn is retracted, the finish it deposits for second time it is desirable.

this finish is good to fiber having deposited blending with the finish which deposits at time of yarn-spinning.

In case of this, finish which has deposited in false-twist yarn reaches quantity which adds finish which deposits at time of yarn-spinning and finish which deposits at time of false-twisting.

#### 【0076】

red wood viscosity in aliphatic ester and/or 30 deg C of molecular weight 300~800 as finish which is used here, 70 - 100 weight % includes mineral oil of 20 - 100 second, it is desirable.

Because molecular weight of aliphatic ester under 300 or red wood viscosity of mineral oil under 20 second viscosity is too low, knitting and weaving characteristic is raised, it is not possible.

On one hand, when molecular weight of aliphatic ester exceeds 800 or red wood viscosity of mineral oil exceeds 100 second, because viscosity is too high the fluff and yarn break become easy to occur at time of knitting and weaving, the knitting and weaving equipment is easy to become dirty.

red wood viscosity in aliphatic ester and/or 30 deg C of molecular weight 400~700 includes mineral oil of 30 - 80 second, it is more desirable.

content in finish of aliphatic ester and/or mineral oil a this way under 70 weight %, the lubricity and soil resistance deteriorating, now \*.

content is more preferably 90~99.5 weight %.

In order to raise knitting and weaving characteristic, 0.5 - 5 weight % it has deposited finish a this way vis-a-vis false-twist yarn, it is desirable, 1 - 3 wt% it has deposited, it is more desirable.

#### 【0077】

＜フリクションタイプでの仮燃加工条件の一例＞ 仮燃速度：300~1000m/分 仮燃温度：100~200℃  
ドロー比(延伸倍率)：伸度40~50%となるように調整(通常1.05~2.0倍) 加燃ディスク：セラミック、ウレタン等

Way it becomes (one example of false-twisting condition with friction type ) false twist velocity : 300~1000m/min  
false twist temperature : 100~200\* draw ratio (draw ratio ):elongation 40~50% , adjustment (Usually 1.05 - 2.0 times )  
added twist disk : ceramic , urethane etc

ディスク速度／糸速度の比(D/Y比) :

1.7

3

Ratio of disk velocity /yarn speed (D/Y ratio):

1.7

3

【0078】

#### 【発明の実施の形態】

本発明について、以下に実施例などを用いて具体的に説明するが、言うまでもなく本発明は実施例などにより何ら限定されるものでない。

尚、実施例中の主な測定値は以下の方法で測定した。

#### (1)酸化チタンの含有率

酸化チタンの含有率は、サーモジャーレルアッシュ社製の高周波プラズマ発光分光分析装置 IRIS-AP を用いて Ti 元素量を測定し、Ti 元素および酸素元素の原子量より計算して求めた。

分析試料は以下のようにして調整した。

三角フラスコ 0.5g のポリマー又は繊維と 15 ミリリットルの濃硫酸を加え、150 deg C のホットプレート上で 3 時間、350 deg C のホットプレート上で 2 時間分解させた。

冷却後、過酸化水素水を 5 ミリリットル加え、酸化分解した後、その液を 5 ミリリットルまで濃縮し、濃塩酸/水(1:1)の水溶液を 5 ミリリットル加え、更に水を 40 ミリリットル加え、分析試料とした。

【0079】

#### (2)酸化チタンの平均粒径

ポリマーまたは繊維の切片を日本電子製の透過型電子顕微鏡 JEM-2000FX を用いて 2500~20000 倍にて観察し、写真撮影を行った。

次に旭化成製画像解析装置 IP-1000 を用いて、写真に撮影されている個々の酸化チタン粒子の面積より円相当系を求め、平均粒径とした。

#### (3)酸化チタンの凝集体

ポリマーまたは繊維 1mg を 2 枚の 15mm ×

【0078】

#### [Embodiment of the Invention]

Concerning this invention , you explain concretely below making use of the Working Example etc, but until you say, this invention is not something which is limited by Working Example etc without.

Furthermore it measured main measured value in Working Example with method below.

#### content of (1) titanium dioxide

content of titanium dioxide measured Tielement quantity making use of the high frequency plasma photoemission spectrometry device IRIS-AP of thermo Jarrell-Ash supplied , calculated from atomic weight of Tielement and the oxygen element and sought.

You adjusted analysis sample like below.

Including concentrated sulfuric acid of polymer or fiber and 15 ml of the erlenmeyer flask 0.5g, on hot plate of 150 deg C 2 hours it disassembled on hot plate of 3 hours , 350 deg C.

After cooling, 5 ml it added hydrogen peroxide water , oxidative decomposition after doing, itconcentrated liquid to 5 ml , 5 ml added aqueous solution of the concentrated hydrochloric acid / water (1: 1), furthermore 40 ml added water, made analysis sample .

【0079】

#### average particle diameter of (2) titanium dioxide

cutting of polymer or fiber was observed at 2500 - 20000 timesmaking use of transmission electron microscope JEM-2000FX of JEOL make, photographing was done.

Next it sought circular suitable system from surface area of theindividual titanium dioxide particle which is photographed to photograph Asahi Chemical Co. Ltd. (DB 69-067-2662 ) makemaking use of image analyzer IP -1000, made average particle diameter .

#### agglomerate of (3) titanium dioxide

polymer or fiber 1mg on inserting , hot plate was melted in

15mm のカバーガラスに挟み込み、ホットプレート上で 260 deg C で溶融させた。

溶融後、カバーガラスに 100g の荷重を掛けて、溶融物をカバーガラスからはみ出さないように、2 枚のカバーガラス間に密着させて広げ、それを冷却水に投入して急冷した。

このサンプルを光学顕微鏡を用いて 200 倍で拡大し、樹脂または繊維の全領域を観察した。

この際、最長部長さが  $5\mu\text{m}$  を越える物の数を数えた。

同様の操作を 5 回行い、その平均値を酸化チタンの凝集体の数とした。

【0080】

#### (4) 極限粘度

極限粘度  $[\eta]$  は、オストワルド粘度計を用い、35 deg C、o-クロロフェノール溶媒中での比粘度  $\eta_{sp}$  と濃度  $C(\text{g}/100\text{ml})$  の比  $\eta_{sp}/C$  を濃度ゼロに外挿し、以下の式に従って求めた。

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} (\eta_{sp}/C)$$

#### (5) 密度

JIS-L-1013 に基づいて四塩化炭素および n-ヘプタンにより作成した密度勾配管を用いて密度勾配管法にて測定を行った。

【0081】

#### (6) 複屈折率

繊維便覧-原料編、p.969(第 5 刷、1978 年丸善株式会社)に準じ、光学顕微鏡とコンペンセーターを用いて、繊維の表面に観察される偏光のリターデーションから求めた。

#### (7) 熱応力のピーク値

鐘紡エンジニアリング社製の KE-2 を用いた。

初過重 0.044cN/dtex、昇温速度 100 deg C/分で測定した。

得られたデータは横軸に温度、縦軸に熱応力をプロットし温度-熱応力曲線を描く。

熱応力の最大点の値を熱応力のピーク値とした。

cover glass of 215 mm X 15mm with 260 deg C.

After melting, applying load of 100 g on cover glass, in order not to protrude from cover glass, sticking melt between 2 cover glass, it expanded, threw that to cooling water and quench did.

this sample was expanded at 200 times making use of optical microscope, entire region of resin or fiber was observed.

this occasion, longest section length it counted quantity of those which exceed  $5\mu\text{m}$ .

Similar operation 5 actions and average was designated as the quantity of agglomerate of titanium dioxide.

【0080】

#### (4) intrinsic viscosity

intrinsic viscosity  $[\eta]$  extrapolated specific viscosity  $\eta_{sp}$  in 35 deg C, o-chlorophenol solvent and theratio  $\eta_{sp}/C$  of concentration  $C(\text{g}/100\text{ml})$  in concentration zero making use of Ostwald viscometer, followed to formula below and sought.

#### (5) density

On basis of JIS -L-1013 it measured with density gradient tube method making use of the density gradient tube which was drawn up with carbon tetrachloride and n-heptane.

【0081】

#### (6) birefringence ratio

fiber handbook -starting material compilation, according to p.969 (5 th issues, 1978 Maruzen KK), making use of the optical microscope and compensator, it sought from retardation of polarized light which is observed to surface of fiber.

#### peak value of (7) thermal stress

KE-2 of Kanebo Ltd. (DB 69-053-5489) engineering supplied was used.

It measured with first overweight 0.044 cN/d tex, rate of temperature increase 100 deg C per minute.

data which it acquires in abscissa plot does thermal stress in temperature, vertical axis and draws temperature-thermal stress curve.

Value of maximum point of thermal stress was designated as peak value of the thermal stress.

【0082】

(8)沸水収縮率

JIS-L-1013 に基づき、かせ収縮率として求めた。

(9)強度(繊維破断強度)、伸度(繊維破断伸度)

JIS-L-1013 に基づいて定速伸長形引張試験機であるオリエンテック(株)社製テンシロンを用いて、つかみ間隔 20cm、引張速度 20cm/分にて 20 点の繊維サンプルについて測定した。

この際の平均値を強度及び破断伸度とした。

また同時に伸度の標準偏差および最低値も求めた。

【0083】

(10)U%

U% はツェルベガーウスター株式会社製 USTER・TESTER3 により下記の条件にて測定して求めた。

[0082]

(8) boiling water shrink ratio

It sought on basis of JIS -L-1013, as bulk shrinkage .

(9) strength (fiber break strength ), elongation (fiber break elongation )

Making use of Orientech Corporation (DB 69-607-3550 ) supplied Tensilon which is a constant draw rate type tensile tester on basis of the JIS -L-1013, it measured with grip spacing 20cm , strain rate 20cm/min concerning fiber sample of 20 points.

this case average was designated as strength and elongation at break .

In addition it sought also standard deviation and minimum value of elongation simultaneously.

[0083]

(10) U%

U% measuring with below-mentioned condition due to Zellweger Worchester KK make Uster \* TESTER3, it sought.

|                        |         |              |                       |  |  |  |  |  |  |
|------------------------|---------|--------------|-----------------------|--|--|--|--|--|--|
| 測定速度                   | :       | 100m/分       |                       |  |  |  |  |  |  |
| measuring speed        | :       | 100 m/min    |                       |  |  |  |  |  |  |
| 測定時間                   | :       | 1分(U%)       | (糸長=100m)             |  |  |  |  |  |  |
| measurement time       | :       | 1 min (U % ) | (fiber length =100 m) |  |  |  |  |  |  |
| 測定回数                   | :       | 2回           |                       |  |  |  |  |  |  |
| number of measurements | :       | twice        |                       |  |  |  |  |  |  |
| 撚り種類                   | S撚り     |              |                       |  |  |  |  |  |  |
| twist types            | S-twist |              |                       |  |  |  |  |  |  |

【0084】

(11)広角 X 線回折(カウンター法)

理学電機株式会社(現株式会社リガク)製広角 X 線回折装置ロータフレックス RU-200 を用いて下記の条件にて観察を行った。

[0084]

(11) wide angle x-ray diffraction (counter method)

You observed with below-mentioned condition Rigaku Corporation (DB 69-054-9415 ) KK (Reality KK Rigaku Corp. (DB 69-054-9415 ) ) makemaking use of wide angle x-ray diffraction X-ray diffractometer Rotaflex RU-200.

|             |  |  |
|-------------|--|--|
| X線種 : CuKa線 |  |  |
|-------------|--|--|

|  |          |  |
|--|----------|--|
| X-ray kind:CUKA line   |          |  |
| 出力 : 40KV 120mA  |          |  |
| Output: 40 KV 120mA  |          |  |
| ゴニオメーター : 理学電機株式会社(現株式会社リガク)製  |          |  |
| goniometer : Rigaku Corporation (DB 69-054-9415 ) KK (Reality KK Rigaku Corp. (DB 69-054-9415 ) ) make                                   |          |  |
| 検出器 : シンチレーションカウンター  |          |  |
| detector : scintillation counter   |          |  |
| 計数記録装置 : RINT2000、オンラインデータ処理システム スキャン範囲 : $2\theta = 5 \sim 40^\circ$ サンプル間隔 : $0.03^\circ$  |          |  |
| counting recording equipment : RIN T2000, online data processing system scan range: $2\theta = 5 - 40$ deg sampling spacing : $0.03$ deg |          |  |
| 積算時間 :   | 1秒       |  |
| Addition time integration time:  | 1 second |  |

回折強度は、サンプルを測定して得た回折強度と空気散乱強度より以下の式に従って求めた真の回折強度を用いた。

真の回折強度 = サンプルの回折強度 - 空気散乱強度

【0085】

(12)油剤の付着率

JIS-L-1013 に基づき、繊維をジエチルエーテルで洗浄し、ジエチルエーテルを留去して繊維に付着した純油剤量を繊維重量で割って求めた比率を油剤の付着率とした。

(13)バルジ率

図 3-(イ)または図 3-(ロ)に示す糸層(104)の最内層の巻幅 Q 及び、最も膨らんでいる部分の巻幅 R を測定して、以下の式に従って算出した。

バルジ率 =  $\{(R-Q)/Q\} \times 100\%$

【0086】

(14)仮撚加工系のけん縮数

JIS-L-1015 に基づき、5 本の仮撚加工系について 90 deg C の熱水中で 20 分間処理した後、仮

diffraction intensity, measuring sample, from diffraction intensity and air scattering intensity which it acquires following to formula below, used true diffraction intensity which it sought.

diffraction intensity - air scattering intensity of true diffraction intensity = sample

【0085】

deposition ratio of (12) finish

On basis of JIS -L-1013, washing fiber with diethyl ether, removing diethyl ether and dividing pure amount of finish which deposits in fiber with fiber weight it designated ratio which it sought as deposition ratio of the finish.

(13) bulge ratio

Figure 3 - (J2 ) or coil width Q of innermost layer of thread layer (104) which is shown in Figure 3 - (jp2 ) and, most measuring coil width R of portion which has expanded, following to formula below, it calculated.

bulge ratio =  $\{(R-Q)/Q\} \times 100\%$

【0086】

crimp number of (14) false-twist yarn

20 minute after treating in hot water of 90 deg C, it counted crimp number per between false-twist yarn 25mm on basis of



撚加工糸 25mm 間当たりのけん縮数を数え、平均値を求めた。

この結果を 1cm 当たりの倦縮数に換算した値を用いた。

#### (15) 仮撚加工糸の伸縮伸長率

JIS-L-1090 に基づき、90 deg C の熱水中で 20 分間処理した後、伸縮性 A 法により仮撚加工糸の伸縮伸長率(%)を求めた。

【0087】

#### (16) 仮撚加工糸のスナール数

巻き取りパッケージからクリンプを伸ばさないように採取した仮撚加工糸に、 $1.764 \times 10^{-3} \text{ cN/dtex}$  の荷重をかけた状態で仮撚加工糸の側面の拡大写真を撮り、フィラメント 1 本に撚りが入ってループ毛羽状になっている箇所をスナールとして数えた。

糸長 75mm 間のスナールを 5 回測定した平均値を求め、1cm 当たりのスナール数に換算した値を用いた。

#### (17) レッドウッド粘度

JIS-K2283-1956 に準じて測定した。

【0088】

【実施例 1~4】テレフタル酸ジメチルと 1,3-プロパンジオールを 1:2 のモル比で仕込み、テレフタル酸ジメチルの 0.1 重量%に相当するチタンテトラブトキシドを加え、常圧下ヒーター温度 240 deg C でエステル交換反応を完結させた。

次にチタンテトラブトキシドを更に理論ポリマー量の 0.1 重量%、二酸化チタンを理論ポリマー量の 0.5 重量%添加し、270 deg C で 3 時間反応させた。

二酸化チタンは平均粒径  $0.2 \mu\text{m}$  のアナターゼ型結晶形のを 1,3-プロパンジオールに 20 重量%をホモジナイザーにて分散させ、6000rpm の遠心分離を 30 分行った後、 $5 \mu\text{m}$  のメンブランフィルターにてろ過した分散液として、添加直前まで攪拌して添加した。

【0089】

得られたポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は 0.9 であり、平均粒径  $0.7 \mu\text{m}$  の酸化チタンを 0.5 重量%含有し、最長部長さが  $5 \mu\text{m}$  を越える酸化チタンの凝集体は 12 個/mg ポリマーであった。

得られたポリマーを図 4 に示した装置を用いて、定法により乾燥し、水分を 50ppm にした後、265

JIS -L-1015, concerning false-twist yarn of 5, sought average .

Value which converts this result to quantity of \* of the per cm shrinkage was used.

extension and retraction elongation of (15) false-twist yarn

extension and retraction elongation (%) of false-twist yarn was sought on basis of JIS -L-1090, 20 minute after treating in hot water of 90 deg C, with stretchability method A .

[0087]

Quantity of snarl of (16) false-twist yarn

In order not to extend crimp from windup package , twist entering into filament 1 with state which applied load of  $1.764 \times 10^{-3} \text{ cN/d tex}$  on false-twist yarn which recovers, taking magnified photograph of side surface of the false-twist yarn , it counted site which becomes loop fluffy state as snarl .

average which 5 times measured snarl between fiber length 75mm was sought, value which is converted to quantity of snarl of the per cm was used.

(17) red wood viscosity

It measured according to JIS -K2283-1956.

[0088]

transesterification it completed with heater temperature 240 deg C under ambient pressure {Working Example 1~4 } dimethyl terephthalate and 1 and 3 -propanediol 1: including titanium tetra butoxide which is suitable to 0.1 weight % of addition , dimethyl terephthalate with mole ratio of 2.

titanium tetra butoxide furthermore 0.5 weight % of theory amount of polymer it added 0.1 weight %, titanium dioxide of the theory amount of polymer next, 3 hours reacted with 270 deg C.

Those of anatase crystal shape of average particle diameter  $0.2 \mu\text{m}$  in 1 and 3 -propanediol dispersing 20 weight % with homogenizer , to immediately before adding agitating \* which 30 minutes did centrifugal separation of 6000 rpm it is after, as dispersion which it filters with membrane filter of  $5 \mu\text{m}$  , it added titanium dioxide .

[0089]

intrinsic viscosity  $[\eta]$  of polymer which it acquires \*, 0.5 weight % contained titanium dioxide of average particle diameter  $0.7 \mu\text{m}$  with 0.9, longest section length the agglomerate of titanium dioxide which exceeds  $5 \mu\text{m}$  was 12 /m g polymer .

After it dries making use of device which shows polymer which it acquires in Figure 4 , with fixed method , designating

deg C で溶融させ、第一表に示した紡口径の孔が 36 個開いた一重配列の紡口を通して押し出した。

押出された溶融マルチフィラメントは、長さ 5cm、温度 100 deg C の保温領域を通過後、風速 0.4m/分の風を当てて急冷し固体マルチフィラメントに変えた。

【0090】

固体マルチフィラメントにガイドノズルを用いて、ステアリン酸オクチル 60 重量%、ポリオキシエチレンアルキルエーテル 15 重量%、リン酸カリウム 3 重量%を含んだ油剤を濃度 5 重量%の水エマルジョン仕上げ剤として、繊維に対して油剤付着率が 0.7 重量%となるように付与した後、第一表の温度、速度の第一ロールに固体マルチフィラメントを 6 回巻き付けて熱処理を行った後、スピンドルとタッチロールの双方を駆動する方式の巻取機を用いて、第一表に示した巻取速度、巻取張力にて、綾角 5° として直径 124mm、厚み 7mm の紙製の糸管に巻幅 90mm にて 6kg 巻き取って 90dtex/36f の繊維の巻かれたチーズ状パッケージを得た。

この際の紡糸ドラフトは全て本発明の範囲内であった。

巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

得られた繊維物性を第二表に記す。

得られた繊維はいずれも本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。

【0091】

実施例 1~3 で得た繊維を用いて、石川製作所製 FK-6 仮撚加工機にてセラミック製の加撚ディスクを 7 枚用いて、加工速度 500m/分、ヒーター温度 170 deg C、ディスク速度/糸速度の比(D/Y 比)2.3、加工糸の伸度が 45%となるドロー比(延伸倍率)で延伸仮撚加工を行った。

この際、巻き取る直前にレッドウッド粘度が 60 秒の鉱物油が 98 重量%、リン酸カリウム 2 重量%を含んだ油剤を仮撚加工糸に対して 2 重量%となるように付与した。

毛羽や糸切れ無く仮撚加工ができ、PET 並みの倦縮形態や特性を有し、しかも PTT 特有のソフトさ、弾性回復性を持った優れた仮撚加工糸を得ることができた。

water as 50 ppm , melting with 265 deg C, extrusion it is hole of spinneret diameter which it shows in first chart 36 through spinneret of the single array which you opened.

Dissolving multifilament which extrusion is done, after passing, applying wind of air speed 0.4m/min , quench did temperature-holding region of length 5cm , temperature 100 deg C and changed into solid multifilament .

[0090]

In order with finish which includes stearic acid octyl 60weight % , polyoxyethylene alkyl ether 15weight % , potassium phosphate 3 wt% making use of the guide nozzle , as aqueous emulsion finishing agent of concentration 5weight % , vis-a-vis fiber in solid multifilament for finish deposition ratio 0.7 weight % ago, after granting, 6 times winding solid multifilament in first roll of temperature , velocity in first chart, after doing heat treatment ,making use of winder of system which drives both parties of the spindle and touch roll , With windup speed , winding tension which is shown in first chart, in yarn bobbin of the paper of diameter 124mm , thickness 7mm 6 kg retracting with coil width 90mm as intersecting angle 5 deg, it acquired cheese package where fiber of 90 dtex /36f is wound.

this case spinning draw was inside range of all this invention .

cheese package which it retracts came out more easily than spindle of the winder , also bulge ratio was satisfactory range.

fiber property which it acquires is inscribed to second chart.

As for fiber which it acquires none being something which issuitable to range of this invention , as for occurrence of yarn break , fluff was recognized with yarn-spinning process .

[0091]

7 -layer using added twist disk of ceramic with Ishikawa Seisakusho make FK-6false twisting machine making use of fiber which is acquired with Working Example 1~3, ratio of fabrication speed 500m/min , heater temperature 170 deg C, disk velocity /yarn speed (D/Y ratio) 2.3, it did drawing false-twisting with draw ratio (draw ratio ) where elongation of the processed yarn becomes 45%.

this occasion, immediately before retracting, in order 2 wt% ago red wood viscosity finish to which mineral oil of 60 second includes 98 weight % , potassium phosphate 2 wt% vis-a-vis false-twist yarn , it granted.

false-twisting was possible without fluff and yarn break , possessed the\* shrinkage morphology and characteristic like PET , could acquire the false-twist yarn which furthermore had PTT peculiar softness , elastic recovery and is superior.

また、得られた加工糸は織編性が非常に良好であった。

また、3 ヶ月後でも物性の経時変化はほとんど見られず、延伸仮撚加工を行ったところ同じ条件で同品質の仮撚加工糸を得ることができた。

【0092】

【実施例 5】

二酸化チタンを理論ポリマー量の 2.0 重量%添加した以外は、実施例 1 と同様にして繊維を得た。

紡糸に用いたポリマーの極限粘度 $[\eta]$ は 0.9 であり、平均粒径  $0.7\mu\text{m}$  の酸化チタンを 2.0 重量%含有し、最長部長さが  $5\mu\text{m}$  を越える酸化チタンの凝集体は 15 個であった。

繊維を巻き取ったチーズ状パッケージは巻取機のスピンドルより容易に抜け、バルジ率も良好な範囲であった。

得られた繊維物性を第二表に記す。

得られた繊維はいずれも本発明の範囲に相当するものであり、紡糸過程で糸切れ、毛羽の発生は認められなかった。

得られた繊維を用いて実施例 1 と同様にして延伸仮撚加工を行ったところ、仮撚加工の際に毛羽や糸切れは見られず、また PET 並みの倦縮形態や特性を有し、しかも PTT 特有のソフトさ、弾性回復性を持った優れた仮撚加工糸を得ることができた。

【0093】

【比較例 1~5】第一表に示した条件にて、実施例 1 と同様にして繊維を得た。

得られた繊維物性を第二表に記す。

比較例 1 は、巻取速度が低いために複屈折率、密度が本発明の範囲を外れていた。

この繊維を用いて実施例 1 と同様にして延伸仮撚加工を行ったが、毛羽、糸切れが多発し仮撚加工糸を得ることができなかった。

比較例 2 は加熱をしなかったために密度が本発明の範囲を外れ、比較例 3 は巻取速度が高いために巻取張力を下げることができず、密度も本発明の範囲を超えた。

In addition, processed yarn which is acquired woven compilation characteristic was very satisfactory.

In addition, you could see change over time of property for most part with less than 3 months, later when drawing false-twisting was done you could acquire false-twist yarn of same quality with same condition.

[0092]

[Working Example 5]

Other than 2.0 weight % of theory amount of polymer adding titanium dioxide, fiber was acquired to similar to Working Example 1.

intrinsic viscosity  $[\eta]$  of polymer which is used for yarn-spinning with 0.9, 2.0 weight % contained titanium dioxide of average particle diameter  $0.7\mu\text{m}$ , longest section length agglomerate of titanium dioxide which exceeds  $5\mu\text{m}$  was 15.

cheese package which retracts fiber came out more easily than spindle of winder, also bulge ratio was satisfactory range.

fiber property which it acquires is inscribed to second chart.

As for fiber which it acquires none being something which issuitable to range of this invention, as for occurrence of yarn break, fluff was recognized with yarn-spinning process.

Making use of fiber which it acquires when drawing false-twisting was done to similar to Working Example 1, fluff and yarn break were not seen case of false-twisting, in addition possessed \* shrinkage morphology and the characteristic like PET, false-twist yarn which furthermore had PTT peculiar softness, elastic recovery and is superior could be acquired.

[0093]

With condition which is shown in {Comparative Example 1~5} first chart, fiber was acquired to similar to Working Example 1.

fiber property which it acquires is inscribed to second chart.

As for Comparative Example 1, birefringence ratio, density had deviated from range of this invention because windup speed is low.

Making use of this fiber drawing false-twisting was done to similar to Working Example 1, but fluff, yarn break occurred frequently and false-twist yarn could not be acquired.

As for Comparative Example 2 density deviates from range of this invention because it does not heat, Comparative Example 3 lowers winding tension because windup speed is high, it was not possible, also density exceeded the range of this invention.

このためどちらの場合も巻締まりが発生し、繊維を 2kg 巻き取ったチーズ状パッケージを巻取機のスピンドルより取り出すことができなかった。

また、比較例 4 はドラフトが低すぎ、比較例 5 はドラフトが高すぎたために、U%が本発明の範囲を越えた。

また伸度のバラツキも大きかった。

これらの繊維を実施例 1 と同様にして延伸仮撚加工を行ったが、毛羽、糸切れが多発し、仮撚加工糸を得ることができなかった。

【0094】

【比較例 6】

遠心分離、ろ過を行わずに作成した二酸化チタン分散液を用いて重合した以外は、実施例 1 と同様にして繊維を得た。

ポリマー中の酸化チタンの分散性は悪く、最長部長さが  $5\mu\text{m}$  を越える酸化チタンの凝集体が 31 個/mg ポリマーと本発明の範囲を外れていた。

得られた繊維の酸化チタン凝集体が本発明の範囲を越え、また伸度のバラツキも大きかった。

これらの繊維を実施例 1 と同様にして延伸仮撚加工を行ったが、毛羽、糸切れが多発し、仮撚加工糸を得ることができなかった。

【0095】

【参考例 1】

チーズ状パッケージの巻幅を 400mm とした以外は実施例 1 と同様にしてチーズ状パッケージを得た。

このチーズ状パッケージを用いて、実施例 1 と同様にして仮撚加工を行ったところ、仮撚加工時の張力変動が大きく、巻縮ムラが大きい仮撚加工糸しか得られなかった。

また得られた繊維より筒編み布帛を作成し、染色評価を行ったところ、周期的な染めムラが見られた。

【0096】

【表 1】

invention .

Because of this in case of which tightening occurred, cheese package which 2 kg retracts fiber is removed from spindle of the winder , was not possible .

In addition, Comparative Example 4 to be draft too low, as for Comparative Example 5 because draft is too high, U% exceeded range of the this invention .

In addition also variation of elongation was large.

drawing false-twisting was done these fiber to similar to Working Example 1, but fluff , yarn break occurred frequently, false-twist yarn could not be acquired.

[0094]

[Comparative Example 6]

Without filtering centrifugal separation , , other than polymerizing making use of the titanium dioxide dispersion which was drawn up, fiber was acquired to similar to the Working Example 1.

dispersivity of titanium dioxide in polymer was bad, longest section length agglomerate of titanium dioxide which exceeds  $5\mu\text{m}$  had come off from 31/m g polymer and range of this invention .

titanium dioxide agglomerate of fiber which it acquires exceeded range of the this invention , in addition also variation of elongation was large.

drawing false-twisting was done these fiber to similar to Working Example 1, but fluff , yarn break occurred frequently, false-twist yarn could not be acquired.

[0095]

[Reference Example 1]

Other than designating coil width of cheese package as 400 mm , cheese package was acquired with as similar to Working Example 1.

When false-twisting was done making use of this cheese package , to similar to the Working Example 1, tension variation at time of false-twisting is large, only false-twist yarn where \* shrinkage unevenness is large it could acquire.

In addition it drew up tubular knit fabric \* from fiber which is acquired, when dyeing evaluation was done, it could see periodic dyeing unevenness .

[0096]

[Table 1]

「第一表」

|       | 紡口径<br>mm | 吐出量<br>g/min | 紡糸<br>ドラフト | 第一ロール |       | 巻取<br>張力<br>cN/dtex | 巻取<br>速度<br>m/min | 糸管の<br>取り出し | バルジ<br>率<br>% |
|-------|-----------|--------------|------------|-------|-------|---------------------|-------------------|-------------|---------------|
|       |           |              |            | 温度    | 周速度   |                     |                   |             |               |
|       |           |              |            | ℃     | m/min |                     |                   |             |               |
| 実施例 1 | 0.35      | 32           | 402        | 90    | 3200  | 0.031               | 3200              | ○           | 8             |
| 実施例 2 | 0.35      | 28           | 402        | 90    | 2800  | 0.026               | 2800              | ○           | 5             |
| 実施例 3 | 0.35      | 32           | 402        | 140   | 3200  | 0.026               | 3250              | ○           | 16            |
| 実施例 4 | 0.23      | 32           | 173        | 90    | 3200  | 0.032               | 3200              | ○           | 9             |
| 実施例 5 | 0.35      | 32           | 402        | 90    | 3200  | 0.031               | 3200              | ○           | 8             |
| 比較例 1 | 0.35      | 28           | 258        | 140   | 1800  | 0.029               | 1850              | ○           | 2             |
| 比較例 2 | 0.35      | 31           | 324        | 30    | 2500  | 0.027               | 2480              | ×           | —             |
| 比較例 3 | 0.35      | 44           | 438        | 70    | 4800  | 0.210               | 4750              | ×           | —             |
| 比較例 4 | 0.15      | 32           | 49         | 90    | 3200  | 0.033               | 3200              | ○           | 9             |
| 比較例 5 | 0.70      | 32           | 2142       | 90    | 3200  | 0.031               | 3200              | ○           | 9             |
| 比較例 6 | 0.23      | 32           | 402        | 90    | 3200  | 0.032               | 3200              | ○           | 9             |

糸管の取り出し : ○ : 巻取機のスピンドルよりチーズ状パッケージを取り出すことが出来た。

× : 巻取機のスピンドルよりチーズ状パッケージを取り出すことが出来なかった。

【0097】

【0097】

【表 2】

[Table 2]

「第二表」

| 繊維特性  |         |                   |                                |       |         |     |     |      |     |        |        |     |       | 仮織特性  |      |       |  |
|-------|---------|-------------------|--------------------------------|-------|---------|-----|-----|------|-----|--------|--------|-----|-------|-------|------|-------|--|
|       | 強度      | 密度                | 結晶性                            | 複屈折   | 熱応力の    | 沸水  | 伸度  |      |     | 二酸化チタン |        | U%  | 仮織加工性 | 伸縮伸長率 | けん縮数 | スナール数 |  |
|       | cN/dtex | g/cm <sup>3</sup> | I <sub>1</sub> /I <sub>2</sub> | 率     | ピーク値    | 収縮率 | 平均値 | 標準偏差 | 最低値 | 含有率    | 凝集体    |     |       |       |      |       |  |
|       |         |                   |                                |       |         |     |     |      |     | 重量%    | 個/mg繊維 |     |       |       |      |       |  |
|       |         |                   |                                |       | cN/dtex | %   | %   | %    | %   |        |        | %   |       | %     | 個/cm | 個/cm  |  |
| 実施例 1 | 2.4     | 1.330             | 1.8                            | 0.055 | 0.032   | 5   | 78  | 1.6  | 76  | 0.5    | 3      | 0.9 | ○     | 195   | 14   | 0.4   |  |
| 実施例 2 | 2.3     | 1.324             | 1.6                            | 0.052 | 0.037   | 7   | 90  | 2.3  | 87  | 0.5    | 3      | 1.1 | ○     | 210   | 19   | 1.0   |  |
| 実施例 3 | 2.5     | 1.338             | 2.1                            | 0.050 | 0.019   | 4   | 75  | 3.5  | 70  | 0.5    | 3      | 1.2 | ○     | 190   | 12   | 0.8   |  |
| 実施例 4 | 2.4     | 1.330             | 1.8                            | 0.054 | 0.032   | 6   | 80  | 4.3  | 74  | 0.5    | 3      | 1.2 | ○     | 200   | 18   | 0.8   |  |
| 実施例 5 | 2.3     | 1.330             | 1.8                            | 0.054 | 0.032   | 7   | 77  | 4.8  | 70  | 2.0    | 7      | 0.9 | ○     | 195   | 18   | 0.4   |  |
| 比較例 1 | 1.5     | 1.314             | 0.9                            | 0.025 | 0.006   | 8   | 127 | 7.8  | 115 | 0.5    | 3      | 1.3 | ×     | —     | —    | —     |  |
| 比較例 2 | 2.0     | 1.312             | 0.8                            | 0.041 | 0.009   | 44  | 100 | 2.2  | 98  | 0.5    | 4      | 1.0 | —     | —     | —    | —     |  |
| 比較例 3 | 3.0     | 1.344             | 2.7                            | 0.061 | 0.085   | 8   | 55  | 2.2  | 53  | 0.5    | 3      | 1.7 | —     | —     | —    | —     |  |
| 比較例 4 | 2.3     | 1.330             | 1.8                            | 0.052 | 0.032   | 6   | 74  | 11.2 | 63  | 0.5    | 3      | 3.5 | ×     | —     | —    | —     |  |
| 比較例 5 | 2.2     | 1.330             | 1.8                            | 0.053 | 0.033   | 7   | 72  | 10.8 | 61  | 0.5    | 3      | 3.1 | ×     | —     | —    | —     |  |
| 比較例 6 | 2.1     | 1.330             | 1.8                            | 0.054 | 0.032   | 6   | 70  | 13.0 | 58  | 0.5    | 26     | 1.5 | ×     | —     | —    | —     |  |

仮織加工性 : ○ : 毛羽、糸切れが多発しなかったことを示す。

× : 毛羽、糸切れが多発し、仮織加工糸を得ることが出来なかった。

【0098】

【0098】

【発明の効果】

[Effects of the Invention]

本発明のポリエステル繊維は、適度な配向性、結晶性を兼ね備え、伸度等の物性ムラの小さい1段階にて製造できる PTT-POY である。

polyester fiber of this invention holds suitable orientation, crystallinity, it is a PTT-POY which can be reproduced with single step where elongation or other property unevenness is small.

このため巻締まりやバルジの発生を回避でき、巻姿の良好なチーズ状パッケージを工業的に

Because of this be able to evade occurrence of tightening and bulge, satisfactory cheese package of fluff can be produced in

製造することができる。

また伸度等の物性ムラが小さく、かつ繊維が経時変化しにくいので、高速の延伸仮撚加工においても長期間にわたって仮撚加工系を安定して工業的に製造することができる。

本発明のポリエステル繊維は 1 段階の紡糸工程のみで繊維を得ることができるために生産性が高く、低コストにて繊維を製造することができ、巻き量が多いために巻取時や加工時の切り替え工数が少なく製造作業を効率良く進めることができる。

本発明の PTT 繊維を用いて製造した仮撚加工系は、ソフトな風合いと高いけん縮率、伸縮伸長率を持った極めて優れたストレッチ素材として好適な仮撚加工系となる。

このためいわゆるソッキや交編タイプのパンティストッキング、タイツ、ソックス(裏糸、口ゴム)、ジャージー、弾性糸のカバリング糸、交編パンティストッキング等交編品の伴糸等に有用である。

#### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

繊維を USTER・TESTER3 に通した際のむら曲線(繊維の質量変化)である。

##### 【図 2】

図 2-(イ)は、結晶性に由来するピークの観察される広角 X 線回折チャートである。

図 2-(ロ)は、結晶性に由来するピークの観察されない広角 X 線回折チャートである。

##### 【図 3】

本発明のポリエステル繊維を糸管に巻き付けたチーズ状パッケージの状態を示す略図である。

図 3-(イ)は、望ましいチーズ状パッケージの概略図である。

図 3-(ロ)は、バルジのあるチーズ状パッケージの概略図である。

##### 【図 4】

本発明を実施する紡糸機の概略を示す模式図である。

##### 【図 5】

本発明を実施する紡糸機の繊維を熱処理するゾーンの概略図を示す模式図である。

the industrially .

In addition elongation or other property unevenness to be small, at same time because fiber is difficult to do change over time , regarding drawing false-twisting of high speed stabilizing false-twist yarn over long period , it can produce in industrially .

As for polyester fiber of this invention productivity is high because can acquire fiber with only yarn-spinning step of single step , produces fiber with low cost to be possible, at time of winding and thechange fabrication steps when processing advances production work little efficientlybecause winding amount is many it is possible .

It becomes preferred false-twist yarn as stretch material where false-twist yarn which is producedmaking use of PTTfiber of this invention , soft texture and high crimp ratio,had extension and retraction elongation and quite is superior.

Because of this so-called [zokki ] and panty stocking , tights , socks of union knit type (back yarn , oral rubber ) , it isuseful in Ban yarn etc of union knit item such as covering yarn , union knit panty stocking of jersey , elastic yarn .

#### [Brief Explanation of the Drawing(s)]

##### [Figure 1]

Case where it passes through fiber to Uster \* TESTER3 it is aunevenness curve (mass change of fiber ) .

##### [Figure 2]

Figure 2 - (J2 ) is wide angle x-ray diffraction chart where peak which derives in crystallinity is observed.

Figure 2 - (jp2 ) is wide angle x-ray diffraction chart where peak which derives in crystallinity is not observed.

##### [Figure 3]

It is a sketch which shows state of cheese package which winds the polyester fiber of this invention around yarn bobbin .

Figure 3 - (J2 ) is conceptual diagram of desirable cheese package .

Figure 3 - (jp2 ) is conceptual diagram of cheese package which has bulge .

##### [Figure 4]

It is a schematic diagram which shows outline of spinning machine which executes the this invention .

##### [Figure 5]

It is a schematic diagram which shows conceptual diagram of zone which heat treatment does fiber of spinning machine which executes this invention .

## 【符号の説明】

1  
乾燥機  
10  
仕上げ剤付与装置  
11  
第 1 ロール  
12  
フリーロール  
13  
巻取機  
13a  
スピンドル、パッケージ  
13b  
タッチロール  
14  
紡糸チャンバー  
15  
繊維を熱処理するゾーン  
16  
第 2 ロール  
17  
第 1 ネルソンロール  
18  
第 2 ネルソンロール  
19  
第 1 ヒーター  
2  
押出機  
20  
第 2 ヒーター  
3  
ベンド  
4

which executes this invention .

## [Explanation of Symbols in Drawings]

1  
dryer  
10  
finishing agent applicator  
11  
1 st roll  
12  
free roll  
13  
winder  
13a  
spindle , package  
13b  
touch roll  
14  
yarn-spinning chamber  
15  
zone which heat treatment does fiber  
16  
2 nd roll  
17  
1 st Nelson roll  
18  
2 nd Nelson roll  
19  
1 st heater  
2  
extruder  
20  
2 nd heater  
3  
bend  
4

スピનヘッド

spin head

5

5

紡口パック

spinneret pack

6

6

紡糸口金

spinneret

7

7

保温領域

temperature-holding region

8

8

固体マルチフィラメント

solid multifilament

9

9

冷却風

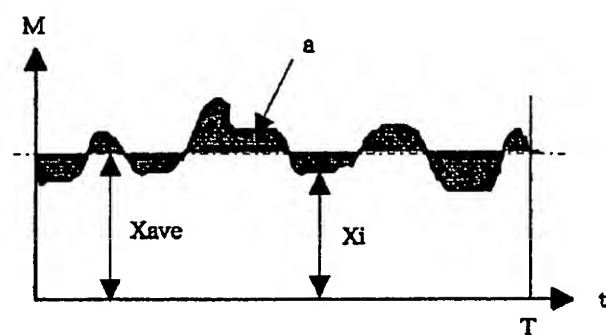
cooling air

## Drawings

【図1】

[Figure 1]

図1



M : 質量

t : 時間

Xi : 質量の瞬時値

Xave : 平均値

T : 測定時間

a : 瞬時値Xiと平均値Xaveとの間の面積(斜線部分)

$$U\% = a / (Xave \times T) \times 100 \quad \dots \text{式(1)}$$

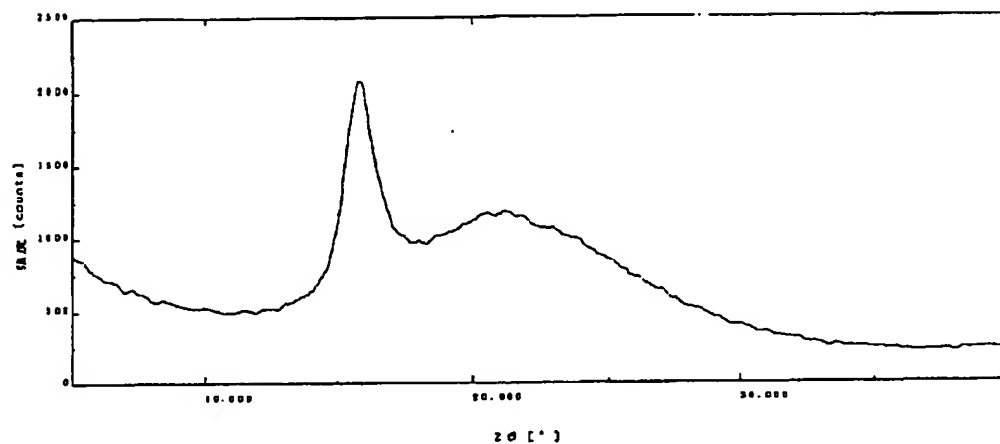
【図2】

[Figure 2]

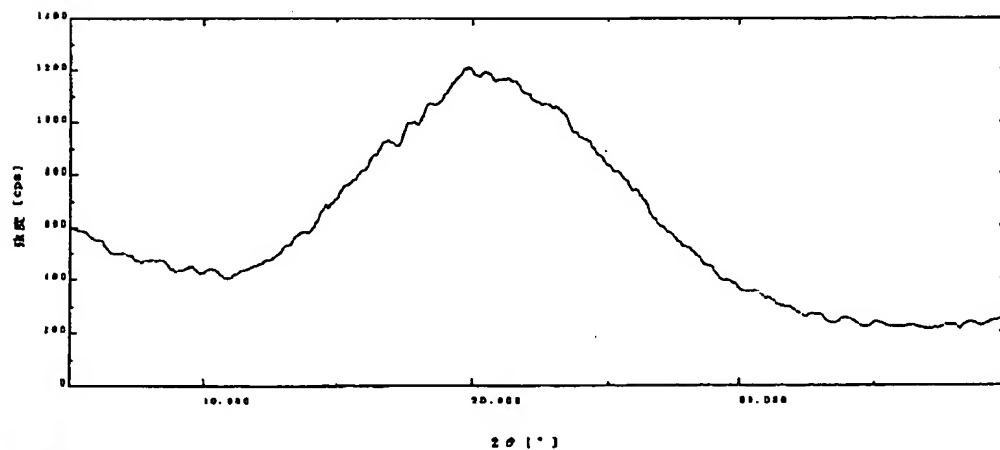


図2 繊維の広角X線回折チャート

(イ) 結晶性に由来するピークの観察される  
広角X線回折チャート



(ロ) 結晶性に由来するピークの観察されない  
広角X線回折チャート

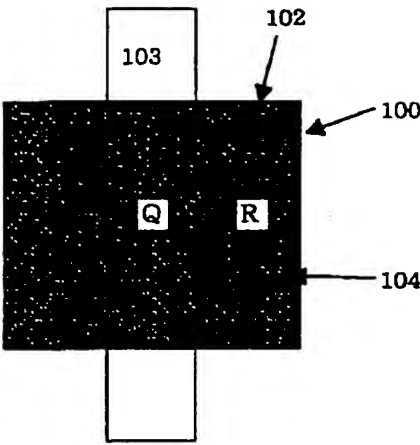


【図3】

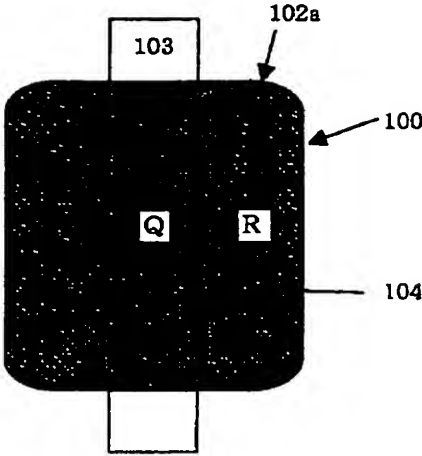
[Figure 3]

図3

(イ)  
望ましいチーズ状パッケージ



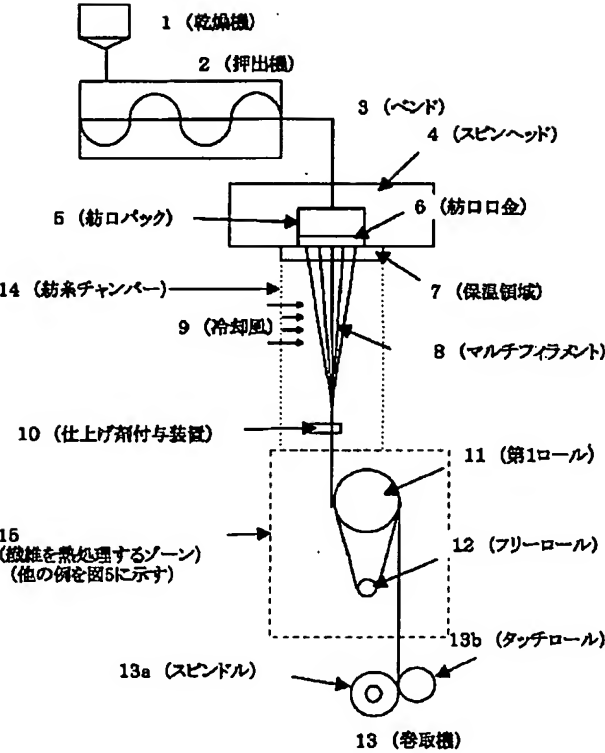
(ロ)  
バルジのあるチーズ状パッケージ



【図4】

[Figure 4]

図4



【図5】

[Figure 5]

図5 繊維を加熱するゾーンの概略図

